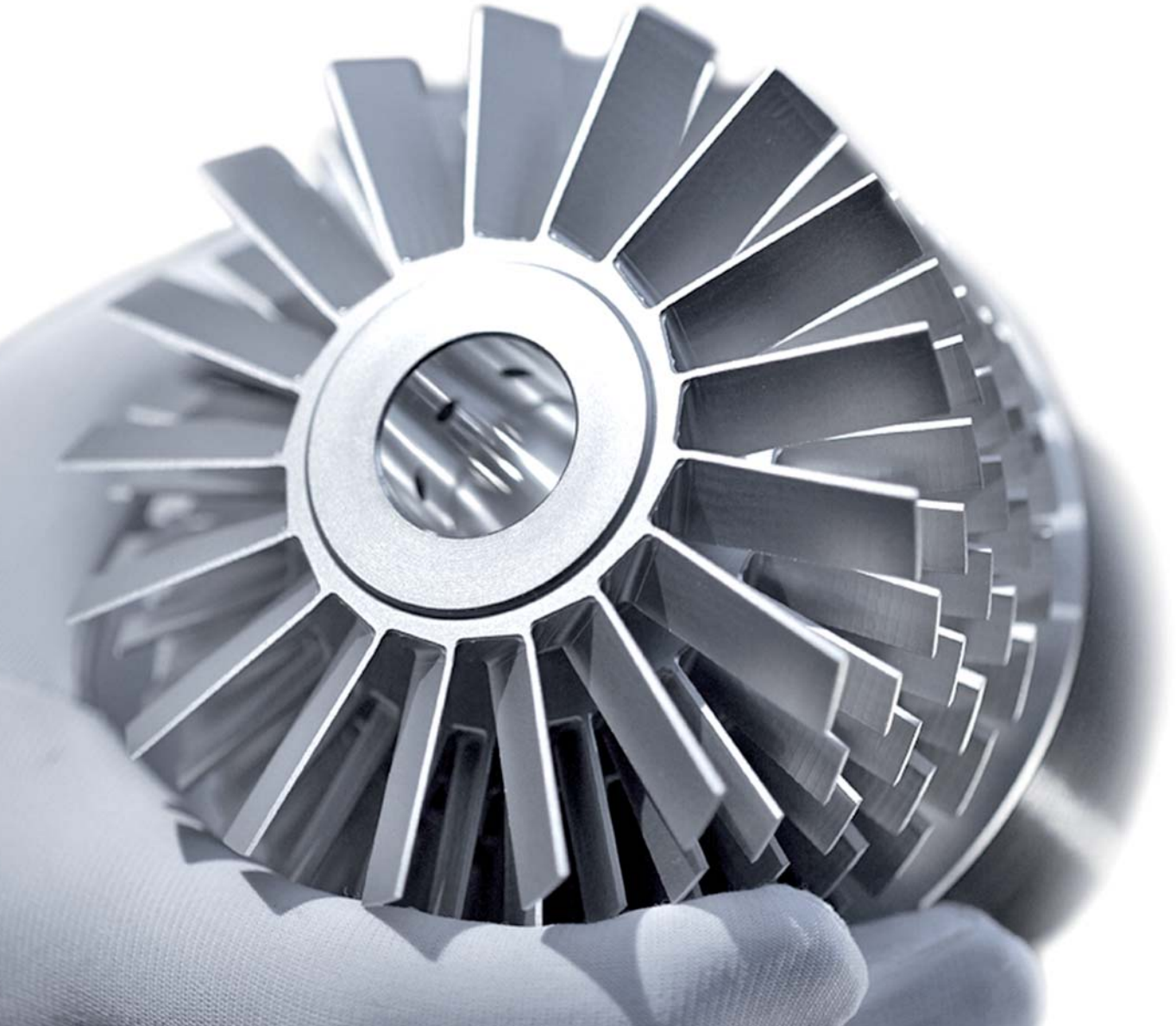
oerlikon
leybold vacuum

Grundlagen der Vakuumtechnik

00.200.01
Kat.-Nr. 199 89



Vorwort

Oerlikon Leybold Vacuum hat sich als Teil des global agierenden Industriekonzerns Oerlikon zum Weltmarktführer im Bereich Vakuumtechnologie entwickelt. In dieser Führungsposition erkennen wir nicht nur Aufgabe und Herausforderung, sondern auch Verantwortung gegenüber unseren Kunden.

Diese Broschüre soll, unabhängig von der derzeitigen Oerlikon Leybold Vacuum Produktpalette, einen leicht lesbaren Überblick über die gesamte Vakuumtechnik geben. Die angegebenen Diagramme und Daten der Produkte sollen vor allem das Verständnis der technischen Funktion vertiefen und sind keine Zusicherung von Produkteigenschaften.
Inhaltlich erfolgte eine Erweiterung der physikalischen Grundlagen und einiger anderer Themen, da es seit der letzten Auflage naturgemäß eine Reihe von neuen Entwicklungen gab, die berücksichtigt werden mußten.

Partnerschaftliche Kundenbeziehungen gehören für uns genauso grundlegend zur Unternehmenskultur wie fortlaufende Investitionen in Forschung und Entwicklung, die als Grundlage für neue technologische Standards und Innovationen dienen. Im Laufe unserer über 150-jährigen Firmengeschichte haben wir im Bereich der Vakuumtechnologie umfassende Prozess- und Anwendungskenntnisse angesammelt. Gemeinsam mit unseren Kunden und Partnern werden wir auch in Zukunft weitere Märkte erschließen, neue Ideen verwirklichen und wegweisende Produkte entwickeln.

Köln, im Juni 2007

Grundlagen der Vakuumtechnik

Grundlagen der Vakuumtechnik

überarbeitet und zusammengestellt von
Dr. Walter Umrath
unter Mitwirkung von

Dr. Rudolf Bahnen, Dr. Thomas Dreifert, Dr. Hans-Ulrich Haefner, Rainer Hölzer, Dr. Frank Kadi, Elke Mossolff, Herbert Litterscheid, Ruth Rey, Hans Rottländer, Willi Scheer, Frank Schönborn, Dr. Gerhard Voß

Grundlagen der Vakuumtechnik

Inhaltsverzeichnis

1 Vakuumtechnik 9

1.1 Beginn der Vakuumtechnik ... 9
1.2 Normalbedingungen 10
1.3 Die atmosphärische Luft 10
1.4 Maßsysteme 10
1.5 Vakuumtechnik bei Oerlikon Leybold Vacuum 11
1.6 Größen, deren Formelzeichen, Einheiten und Definitionen ... 11
1.6.1 Vakuumtechnische Grundbegriffe 11
1.6.2 Die Gasgesetze und Modellvorstellungen 15
1.6.2.1 Kontinuumstheorie 15
1.6.2.2 Kinetische Gastheorie 15
1.7 Die Druckbereiche der Vakuumtechnik und ihre Charakterisierung 16
1.7.1 Viskose- oder Kontinuumsströmung 16
1.7.2 Molekularströmung 17
1.7.3 Knudsenströmung 17
1.8 Berechnung von Strömungsleitwerten 17
1.8.1 Leitwerte von Rohrleitungen und Öffnungen 18
1.8.2 Leitwerte anderer Bauelemente 19
1.8.3 Nomographische Bestimmung von Leitwerten 19
1.9 Praktische Auswirkungen der unterschiedlichen Strömungsformen 20
1.10 Kohlenwasserstoff freies Vakuum 20
1.11 Übersicht über die verschiedenen Arten von Vakuumpumpen ... 22

2 Mechanische Vakuumpumpen 23

2.1 Flüssigkeitsgedichtete Rotations-Verdrängerpumpen 23
2.1.1 Flüssigkeitsringvakuumpumpen 23
2.1.2 Ölgedichtete Rotations-Verdrängerpumpen 23
2.1.2.1 Drehschieberpumpen (TRIVAC A, TRIVAC B, TRIVAC E, SOGEVAC) 23
2.1.2.2 Sperrschieberpumpen 25
2.1.2.3 Trochoidenpumpen 26
2.1.2.4 Der Gasballast 27
2.1.2.5 Gleichzeitiges Abpumpen von Gasen und Dämpfent 28
2.1.2.6 Wasserdampfverträglichkeit ... 29
2.1.2.7 Kondensatoren 30
2.1.2.8 Zubehör zu ölgedichteten Rotations-Verdrängerpumpen . 32
2.1.2.9 Öle für Rotationsverdränger-Vakuumpumpen 33
2.2 Trockenlaufende Rotations-Verdrängerpumpen, die gegen Atmosphäre verdichten 34
2.2.1 Klauenpumpen 34
2.2.1.1 Klauenpumpen mit innerer Verdichtung für die Halbleiterindustrie („DRYVAC“-Reihe) .. 35
2.2.1.2 Klauenpumpen ohne innere Verdichtung für die Chemie („ALL-ex“) 38
2.2.2 Schraubenvakuumpumpen 40
2.2.2.1 Schraubenvakuumpumpen für industrielle Anwendung 42
2.2.2.2 Schraubenvakuumpumpen für die Halbleiterindustrie (DuraDry) .. 44
2.2.3 Scroll-Pumpen 47
2.3 Trockenlaufende Rotations-Verdrängerpumpen, die nicht gegen Atmosphäre verdichten-verdichten (Wälzkolben- oder Rootspumpen) 47
2.4 Trockenlaufende Oszillations-verdränger-Vakuumpumpen .. 53
2.4.1 Membranpumpen 53
2.4.2 Hubkolbenpumpen 54
2.4.2.1 Pumpen mit Kurbelwellenantrieb (EcoDry L, EcoDry M) 55
2.4.2.2 Kolbenpumpen mit Linearantrieb für kleine Saugvermögen 58
2.5 Antriebsoptionen für mechanische Pumpen bei 1-Phasen-Netzen (Weltmotor für alle für 1-Phasen-Spannungen) 58

3 Kinetische Vakuumpumpen 60

3.1 Treibmittelpumpen 60
3.1.1 (Öl-)Diffusionspumpen 60
3.1.2 (Öl-)Dampfstrahlpumpen 62
3.1.3 Treibmittel 63
3.1.4 Treibmittelrückströmung und ihre Unterdrückung (Dampfsperren, Baffle) 64
3.1.5 Wasserstrahl- und Wasserdampf strahlpumpen 65
3.2 Turbo-Molekularpumpen 66
3.2.1 Überblick 66
3.2.2 Funktionsprinzip 67
3.2.3 Kenngrößen 68
3.2.4 Installation und Betriebshinweise 69
3.2.5 Besondere Anforderungen 71
3.2.6 Messungen an Turbo-Molekularpumpen 72

4 Gasbindende Vakuumpumpen 75

4.1 Sorptionspumpen 75
4.1.1 Adsorptionspumpen 75
4.1.2 Verdampferpumpen 76
4.1.3 Ionen-Zerstäuberpumpen (IZ-Pumpen) 76
4.1.4 Massivgetterpumpen (NEG-Pumpen) 78
4.2 Kryopumpen 78
4.2.1 Arten von Kryopumpen 79
4.2.2 Kaltkopf und dessen Arbeitsweise 79
4.2.3 Die Refrigerator-Kryopumpe ... 81
4.2.4 Bindung von Gasen an Kaltflächen 81
4.2.5 Saugvermögen und Lage der Kaltflächen 82
4.2.6 Kenngrößen einer Kryopumpe . 83

5 Die Auswahl des Pumpverfahrens und Dimensionierung der Pumpen 86

5.1 Übersicht über die gebräuchlichsten Vakuumverfahren ... 86
5.1.1 Abpumpen von Gasen (trockene Prozesse) 87
5.1.2 Abpumpen von Gasen und Dämpfen (nasse Prozesse) 88
5.1.3 Trocknungsprozesse 90
5.1.4 Erzeugung ölfreier (kohlenwasserstoffreier) Vakua 91
5.1.5 Ultrahochvakuum: Arbeitstechnik 91
5.2 Dimensionierung der Vakuumanlage und Bestimmung der Pumpengröße 92
5.2.1 Evakuieren eines Vakuumbehälters (ohne zusätzlichen Gas- oder Dampfanfall) 93
5.2.1.1 Evakuieren eines Behälters im Grobvakuumbereich 93
5.2.1.2 Evakuieren eines Behälters im Feinvakuumbereich 93
5.2.1.3 Evakuieren eines Behälters im Hochvakuumbereich 94
5.2.2 Evakuieren eines Behälters bei Anfall von Gasen und Dämpfen 95
5.2.3 Pumpendimensionierung bei Trocknungsprozessen 95
5.2.4 Wahl der geeigneten Vorpumpe 96
5.2.4.1 Bestimmung der Vorvakuumpumpe mit Hilfe von Saugvermögens- und Saugleistungskurven 97

Inhaltsverzeichnis

5.2.4.2 Bestimmung der richtigen Kombination von Hoch- und Vorvakuumpumpen mit Operationsdiagrammen 98
5.2.5 Ermittlung von Auspumpzeiten aus Nomogrammen 100
5.2.6 Computergestützte Berechnungen von Oerlikon Leybold Vacuum . 101

6 Verbindungselemente – Flansche und Ventile . 102

6.1 **Flansche und ihre Abdichtungen** 102
6.1.1 Flanschsysteme 102
6.1.1.1 Kleinflansche 102
6.1.1.2 Klammerflansche 102
6.1.1.3 Feste Flansche 102
6.1.1.4 Feste Flansche 102
6.1.1.5 Materialbezeichnungen für metallische Werkstoffe in der Vakuumtechnik 104
6.1.2 Dichtungen 105
6.1.2.1 Elastomerdichtungen 105
6.1.2.2 Metallische Dichtungen 105
6.2 **Auswahl geeigneter Ventile** .. 106
6.3 **Gasschleusen und Verschußventile** 107

7 Das Messen niedriger Drücke, Drucküberwachung, Drucksteuerung und Druckregelung 108

7.1 **Grundsätzliches zum Messen niedriger Drücke** 108
7.2 **Vakuummeter mit gasartunabhängiger Druckanzeige** .. 109
7.2.1 Feder-Vakuummeter 109
7.2.2 Membran-Vakuummeter 109
7.2.2.1 Kapselfeder-Vakuummeter 109
7.2.2.2 DIAVAC Membran-Vakuummeter 110
7.2.2.3 Präzisions-Membran-Vakuummeter 110
7.2.2.4 Druckschalter 110
7.2.2.5 Kapazitive Vakuummeter (auch: CDG's von Capacitance Diaphragm Gauges) 111
7.2.3 Flüssigkeits- (Quecksilber-) Vakuummeter 112
7.2.3.1 U-Rohr-Vakuummeter 112
7.2.3.2 Kompressions-Vakuummeter (nach McLeod) 112
7.3 **Vakuummeter mit gasartabhängiger Druckanzeige** 113
7.3.1 Reibungs-Vakuummeter (VISCOVAC) 114
7.3.2 Wärmeleitungs-Vakuummeter . 114
7.3.3 Ionisations-Vakuummeter 116
7.3.3.1 Ionisations-Vakuummeter mit kalter Kathode (Penning-Vakuummeter) 116
7.3.3.2 Ionisations-Vakuummeter mit Glühkathode 117
7.4 **Transmitter** 119
7.4.1 Allgemeine Eigenschaften von Transmittern 119
7.4.2 Einzel Transmitter (Vakuummeter) 120
7.4.3 Kombinationstransmitter (ITR 90) 120
7.4.4 Einfluß der Auslesegeräte von Transmittern auf die Meßunsicherheit 120
7.4.4.1 Digitale Übertragung 120
7.4.4.2 Analoge Übertragung 120
7.5 **Justieren, Eichen und Kalibrieren; DKD, PTB, Nationale Standards** 121
7.5.1 Beispiele für fundamentale Druckmeßmethoden als Standardverfahren zum Kalibrieren von Vakuummetern 122
7.5.2 Spezifikation, Meßunsicherheit, Angaben im Kalibrierschein ... 123
7.5.2.1 Herstellerspezifikation eines Vakuumeters (meßtechnische) . 123
7.5.2.2 Kalibrierung 123
7.6 **Drucküberwachung, -steuerung und -regelung in Vakuumbehältern** 124
7.6.1 Grundsätzliches zur Drucküberwachung und -steuerung 124
7.6.2 Automatische Sicherung, Überwachung und Steuerung von Vakuumanlagen 124
7.6.3 Druckregelung und -Steuerung in Grob- und Feinvakuumanlagen 125
7.6.4 Druckregelung in Hoch- und Ultrahochvakuumanlagen 127
7.6.5 Anwendungsbeispiele mit Membranreglern 128

8 Massenspektrometrische Gasanalyse bei niedrigen Drücken 130

8.1 **Allgemeines** 130
8.2 **Geschichtliches** 130
8.3 **Das Quadrupol-Massenspektrometer (TRANSPECTOR)** 130
8.3.1 Aufbau des Sensors 131
8.3.1.1 Die normale (offene) Ionenquelle 131
8.3.1.2 Das Quadrupol-Trennsystem ... 132
8.3.1.3 Das Nachweissystem (Detektor) 133
8.4 **Gaseinlaß und Druckanpassung** 133
8.4.1 Dosierventil 133
8.4.2 Druckwandler 133
8.4.3 Geschlossene Ionenquelle 134
8.4.4 AGM (Aggressiv gas monitor) . 134
8.5 **Massenspektrometrische Kenngrößen (Spezifikationen)** 134
8.5.1 Linienbreite (Auflösung) 134
8.5.2 Massenbereich 135
8.5.3 Empfindlichkeit 135
8.5.4 Kleinster nachweisbarer Partialdruck 136
8.5.5 Kleinstes nachweisbares Partialdruckverhältnis (Konzentration) 136
8.5.6 Linearitätsbereich 136
8.5.7 Angaben über Oberflächen und Ausheizbarkeit 136
8.6 **Auswertung von Spektren** 137
8.6.1 Ionisierung und grundsätzliche Probleme der Gasanalyse 137
8.6.2 Partialdruckmessung 139
8.6.3 Qualitative Gasanalyse 140
8.6.4 Quantitative Gasanalyse 141
8.7 **TranspectorWare (Prozeßorientierte Software für Windows)** . 142
8.8 **Partialdruckregelung** 142
8.9 **Wartung** 143

9 Lecks und Lecksuche .. 144

9.1 **Leckarten** 144
9.2 **Leckrate, Leckgröße, Massenstrom** 144
9.2.1 Die Helium-Standard-Leckrate . 146
9.2.2 Umrechnungsformeln 146
9.3 **Begriffe und Definitionen** 146
9.4 **Lecksuchmethoden ohne Lecksuchgerät** 147
9.4.1 Druckanstiegsprüfung 148
9.4.2 Druckabfallprüfung 148
9.4.3 Dichtheitsprüfung mit gasartabhängigen Vakuummetern ... 149
9.4.4 Blasen-Tauchprüfung (Bubble-Test) 149
9.4.5 Blasen-Sprühprüfung 149
9.4.6 Blasen-Vakuumboxprüfung ... 149
9.4.7 Krypton 85-Prüfung 149
9.4.8 Hochfrequenzvakuumprüfung . 149
9.4.9 Prüfung mit chemischen Reaktionen und Farbeindringprüfung .. 150
9.5 **Leckdetektoren (LD) und ihre Arbeitsweisen** 150
9.5.1 Halogen-Leckdetektoren 151
9.5.1.1 Halogen-Dioden Prinzip (HLD4000, D-Tek) 151

Inhaltsverzeichnis

9.5.1.2 Infrarot Prinzip (HLD5000) ... 151
9.5.2 Leckdetektoren mit Massenspektrometern (MS) ... 151
9.5.2.1 Die Funktionsweise eines Leckdetektors mit MS ... 151
9.5.2.2 Nachweisgrenze, Untergrund, Gasspeicherung im Öl (Gasballast), gleitende Nullpunktunterdrückung ... 152
9.5.2.3 Kalibrieren von Leckdetektoren, Prüflecks ... 153
9.5.2.4 Leckdetektoren mit Quadrupol-MS (Ecotec II) ... 154
9.5.2.5 Helium-Leckdetektoren mit 180°-Sektorfeld-MS (L 200, UL 200 (dry), UL 500 (dry)) ... 155
9.5.2.6 Hauptstrom- und Gegenstrom-Leckdetektor ... 156
9.5.2.7 Teilstrombetrieb ... 157
9.5.2.8 Anschluß an Vakuumanlagen ... 157
9.5.2.9 Zeitkonstante ... 158
9.6 **Grenzwerte / Spezifikationen des Leckdetektors** ... 158
9.7 **Lecksuchtechniken mit Helium-Leckdetektoren** ... 159
9.7.1 Sprühtechnik (Lokale Dichtheitsprüfung) ... 159
9.7.2 Schnüffeltechnik (Lokale Dichtheitsprüfung nach der Überdruckmethode) ... 159
9.7.3 Hüllentests (Integrale Dichtheitsprüfung) ... 159
9.7.3.1 Hüllentest mit Helium-Überdruck im Prüfling ... 160
a) Hüllentest mit Konzentrationsmessung und anschließender Leckratenberechnung ... 160
b) Direkte Messung der Leckrate mit dem LD (massive Hülle) ... 160
9.7.3.2 Hüllentest mit Prüfling unter Vakuum ... 160
a) Hülle = „Plastikzelt“ ... 160
b) Massive Hülle ... 160
9.7.4 „Bombing“-Test, „Drucklagerung“ ... 160
9.8 **Industrielle Dichtheitsprüfung** ... 160

10 Beschichtungsmeß- und Regelgeräte mit Schwingquarzen ... 161

10.1 **Einführung** ... 161
10.2 **Grundlagen der Schichtdickenmessung mit Schwingquarzen** 161
10.3 **Die Form der Schwingquarzkristalle** ... 162
10.4 **Die Periodenmessung** ... 163
10.5 **Die Z-Match Technik** ... 163
10.6 **Der aktive Oszillator** ... 164
10.7 **Der Mode-Lock Oszillator** ... 165
10.8 **Auto-Z Match Technik** ... 165
10.9 **Schichtdickenregelung** ... 166
10.10 **INFICON Gerätevarianten** ... 168

11 Anwendungen der Vakuumtechnik für Beschichtungsverfahren ... 169

11.1 **Vakuumbeschichtungstechnik** ... 169
11.2 **Beschichtungsquellen** ... 169
11.2.1 Thermische Verdampfer (Schiffchen etc.) ... 169
11.2.2 Elektronenstrahlverdampfer (Elektronenkanonen) ... 170
11.2.3 Kathodenzerstäubung (Sputtern) ... 170
11.2.4 Chemische Dampfabscheidung (CVD) ... 171
11.3 **Vakuumbeschichtungsverfahren / Anlagentypen** ... 171
11.3.1 Teilebeschichtung ... 171
11.3.2 Bandbeschichtung ... 171
11.3.3 Optische Schichten ... 173
11.3.4 Glasbeschichtung ... 173
11.3.5 Anlagen für die Herstellung von Datenspeichern ... 174

12 Betriebshinweise für Vakuum-Apparaturen ... 176

12.1 **Fehlerursachen bei Nicht-Erreichen oder zu spätem Erreichen des gewünschten Enddruckes** ... 176
12.2 **Verschmutzung von Vakuumbehältern und ihre Beseitigung** ... 176
12.3 **Allgemeine Hinweise für Vakuumpumpen** ... 176
12.3.1 Ölgedichtete Rotationsverdrängerpumpen (Drehschieberpumpen und Sperrschieberpumpen) ... 176
12.3.1.1 Ölverbrauch, Ölverschmutzung, Ölwechsel ... 176
12.3.1.2 Wahl des Pumpenöls beim Abpumpen aggressiver Dämpfe ... 177
12.3.1.3 Maßnahmen beim Abpumpen verschiedener chemischer Substanzen ... 178
12.3.1.4 Betriebsfehler bei Gasballastpumpen - Mögliche Fehlerquellen bei Nichterreichen des geforderten Enddruckes ... 179
12.3.2 Wälzkolbenpumpen (Rootspumpen) ... 179
12.3.2.1 Allgemeine Betriebshinweise, Aufstellung und Inbetriebnahme ... 179
12.3.2.2 Ölwechsel, Wartungsarbeiten ... 179
12.3.2.3 Hinweise bei Betriebsstörungen ... 180
12.3.3 Turbo-Molekularpumpen ... 180
12.3.3.1 Allgemeine Betriebshinweise ... 180
12.3.3.2 Wartung ... 180
12.3.4 Diffusions- und Dampfstrahlpumpen ... 181
12.3.4.1 Treibmittelwechsel und Reinigen der Pumpe ... 181
12.3.4.2 Betriebsfehler bei Diffusions- und Dampfstrahlpumpen ... 181
12.3.5 Adsorptionspumpen ... 181
12.3.5.1 Verringerung der Adsorptionskapazität ... 181
12.3.5.2 Auswechseln des Molekularsiebes ... 181
12.3.6 Titan-Verdampferpumpen ... 182
12.3.7 Ionenzerstäuberpumpen ... 182
12.4 **Hinweise zum Arbeiten mit Vakuummetern** ... 182
12.4.1 Hinweise zum Einbau von Vakuummeter-Meßsystemen ... 182
12.4.2 Verschmutzungen des Meßsystems und ihre Beseitigung ... 182
12.4.3 Einfluß magnetischer und elektrischer Felder ... 183
12.4.4 Verbindungen, Netzgeräte, Meßsysteme ... 183

13 Tabellen, Formeln, Nomogramme, Diagramme, Bildzeichen ... 184

Tabellen ... 184
Tab 13.1 Die gesetzlichen Druckenheiten, sowie das Torr und ihre Umrechnung ... 184
Tab 13.2 Umrechnung von Druckeinheiten ... 184
Tab 13.3 Mittlere freie Weglänge l ... 184
Tab 13.4 Zusammenstellung wichtiger gaskinetischer Formeln ... 186
Tab 13.5 Wichtige Zahlenwerte ... 185
Tab 13.6 Saugvermögenseinheiten und ihre Umrechnung ... 185
Tab 13.7a Umrechnung von Durchfluß- (Q_{pV}) Einheiten (Leckraten-Einheiten) ... 185
Tab 13.7b Umrechnung von Durchfluß- (Q_{pV}) Einheiten (Leckraten-Einheiten) ... 185

Inhaltsverzeichnis

Tab 13.8 Zusammensetzung der atmosphärischen Luft 186
Tab 13.9 Druckbereiche der Vakuumtechnik und ihre Charakterisierung 186
Tab 13.10 Gasabgabe von Werkstoffen 186
Tab 13.11 Nennweiten und Innendurchmesser (lichte Weiten) von Rohren und Öffnungen mit Kreisquerschnitt (nach PNEUROP) 186
Tab13.12 Die wichtigsten Daten (Kennzahlen) für gebräuchliche Lösungsmittel 186
Tab 13.13 Sättigungsdampfdruck und Dampfdichte von Wasser .. 187
Tab 13.14 Explosionsklassen von Fluiden 188
Tab 13.15 Chemische Beständigkeit gebräuchlicher gummielastischer Dichtungswerkstoffe 189
Tab 13.16a Öl-Empfehlungen für TRIVAC-Pumpen zu verschiedenen Einsatzgebieten 190
Tab 13.16b Öl-Empfehlungen für SOGEVAC-Pumpen zu verschiedenen Einsatzgebieten 192
Tab 13.16c Öl-Empfehlungen für Sperrschieber (E + DK)-Pumpen zu verschiedenen Einsatzgebieten 194
Tab 13.16d Öl-Empfehlungen für Wälzkolben (Roots)-Pumpen zu verschiedenen Einsatzgebieten 195
Tab 13.16e Daten von Treibmitteln für Öl-Diffusionspumpen 196
Tab 13.16f Technische Daten für Dichtungsfette und Öle 196
Tab 13.17 Bildzeichen der Vakuumtechnik (Symbole) . 197
Tab 13.18 Temperaturvergleichs- und Umrechnungstabelle 199
Abbildungen 199
Abb. 13.1 Abhängigkeit der Mittleren freien Weglänge vom Druck für verschiedene Gase bei 20 °C .. 199
Abb. 13.2 Gaskinetisches Diagramm für Luft und 20 °C 199
Abb. 13.3 Abnahme des Luftdruckes und Änderung der Temperatur mit der Entfernung von der Erde ... 200
Abb. 13.4 Änderung der Gaszusammenset zung der Atmosphäre mit der Entfernung von der Erde ... 200
Abb. 13.5 Leitwerte von Rohren üblicher Nennweiten mit Kreisquerschnitt für Laminarströmung 200
Abb.13.6 Leitwerte von Rohren üblicher Nennweiten mit Kreisquerschnitt für Molekularströmung 200
Abb. 13.7 Nomogramm zur Ermittlung der Auspumpzeit t_p eines Behälters im Grobvakuumgebiet 201
Abb. 13.8 Nomogramm zur Ermittlung der Leitwerte von Rohren mit kreisförmigem Querschnitt für Luft bei 20 °C im Gebiet der Molekularströmung 202
Abb. 13.9 Nomogramm zur Ermittlung der Leitwerte von Rohrleitungen für Luft, bei 20 °C im gesamten Druckgebiet 203
Abb. 13.10 Ermittlung der Auspumpzeit im Feinvakuumgebiet unter Berücksichtigung der Gasabgabe von den Wänden ... 204
Abb. 13.11 Sättigungsdampfdruck verschiedener Stoffe 205
Abb. 13.12 Sättigungsdampfdruck von Treibmitteln für Öl- und Quecksilber-Treibmittelpumpen ... 205
Abb. 13.13 Sättigungsdampfdruck Vakuum technisch wichtiger Metalle . 205
Abb. 13.14 Dampfdruck von nicht-metallischen Dichtungsmitteln 206
Abb. 13.15 Sättigungsdampfdrücke verschiedener Kryotechnisch wichtiger Stoffe 206
Abb. 13.16 Gebräuchliche Arbeitsbereiche von Vakuumpumpen 206
Abb. 13.16a Meßbereiche gebräuchlicher Vakuummeter nach DIN 28400 207
Abb. 13.17 Spezifischer Rauminhalt von Wasserdampf 208
Abb. 13.18 Elektrische Durchbruchspannung für Luft (Paschenkurve) ... 208
Abb. 13.19 Phasendiagramm von Wasser 209

14 Die gesetzlichen Einheiten in der Vakuumtechnik 210
14.1 Einführung 210
14.2 Alphabetische Liste von Größen, Formelzeichen und Einheiten, die in der Vakuumtechnik und ihren Anwendungen häufig vorkommen 210
14.3 Anmerkungen zur alphabetischen Liste des Abschnittes 14.2 213
14.4 Tabellen 214
14.4.1 SI – Basiseinheiten 214
14.4.2 Abgeleitete kohärente SI-Einheiten mit besonderen Namen und Einheitenzeichen (alphabetisch) 214
14.4.3 Atomphysikalische Einheiten 214
14.4.4 Abgeleitete, nicht kohärente SI-Einheiten mit besonderen Namen und Einheitenzeichen 214

15 Vakuumtechnisch wichtige nationale und internationale Normen und Empfehlungen 215
15.1 In der Vakuumtechnik besonders zu beachtende nationale und internationale Normen und Empfehlungen 215

16 Literaturverzeichnis 220
16.1 Übersichten, Definitionen und Historisches 220
16.2 Vakuumpumpen 221
16.2.1 Verdrängerpumpen; Kondensatoren 221
16.2.2 Turbo-Molekularpumpen ... 222
16.2.3 Treibmittelpumpen 223
16.2.4 Sorptionspumpen 223
16.2.5 Kryopumpen und Kryotechnik 223
16.2.6 Ölrückströmung 224
16.3 Ultrahochvakuumtechnik .. 224
16.4 Leitwerte, Flansche, Ventile etc. 225
16.5 Messen niedriger Drücke .. 225
16.6 Drucküberwachung, -steuerung, -regelung 226
16.7 Massenspektrometrische Gasanalyse bei niedrigen Drücken 226
16.8 Lecks und Lecksuche 227
16.8.1 Massenspektrometrische Lecksuche 227
16.8.2 Lecksuche mit Halogenleckdetektoren 227
16.9 Beschichtungsmeß- und Regelgeräte 227
16.10 Werkstoffe und Wekstoffbearbeitungen 228
16.11 Wörterbücher 229

17 Stichwortverzeichnis 230

1 Vakuumtechnik

1.1 Der Beginn der Vakuumtechnik

Um 1650 haben sich weitgehend unabhängig voneinander drei Physiker, Evangelista Torricelli, Blaise Pascal und Otto von Guericke mit der Frage befaßt, ob es einen äußeren Luftdruck gibt und wie groß dieser ist, beziehungsweise was in Behältern geschieht, wenn die Luft aus dem Inneren herausgepumpt wird. Die damals (noch zur Zeit der Inquisition!) herrschende, auf Aristoteles zurückgehende, Lehrmeinung vom „Horror Vacui“ (Scheu vor der Luftleere) machte es schwierig, wenn nicht gar gefährlich so verwegene Gedanken zu äußern und dann noch durch Experimente zu belegen, wenn sie mit den offiziellen Ansichten von Kirche und Staat nicht konform waren. Torricelli machte den Versuch mit der Quecksilbersäule (Abb. 1.1), der die Grundlage für die zum Teil noch heute verwendeten Quecksilberbarometer ist. Das offene Quecksilberbarometer ist ein „fundamentales Meßgerät“; es mißt Kraft pro Fläche. Blaise Pascal schloß aus dem Versuch von Torricelli: Wenn die Quecksilbersäule durch den äußeren Luftdruck im Gleichgewicht gehalten wird, dann müßten die Meßwerte auf einem hohen Berg kleiner ausfallen. Er bat seinen Schwager Périer den Puy de Dom, einen Berg in der Auvergne (Frankreich), zu besteigen, um in verschiedenen Höhen den Luftdruck zu messen (Abb. 1.2). So wurde zum ersten Mal die barometrische Höhenformel überprüft und bestätigt. Otto von Guericke machte eine sehr umfangreiche Reihe von Versuchen von denen der mit den „Magdeburger Halbkugeln“ und den 16 Pferden, die die Halbkugeln nicht auseinander ziehen konnten, nur der spektakulärste war und angeblich dem Kaiser auf dem Reichstag zu Regensburg (?) vorgeführt wurde (siehe Abb. 1.3).

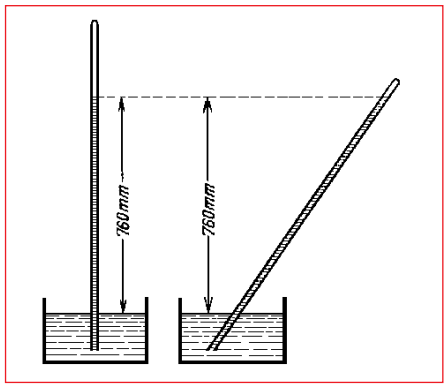


Abb. 1.1
Torricellis Quecksilberbarometer

Abb. 1.2
Pèrier am Puy de Dom

Abb. 1.3
Die Magdeburger Halbkugeln

Der Durchmesser der Originalhalbkugeln war 52 cm und daher die zusammenhaltende Kraft etwa 2,1 t. Das 16 Pferde diese nicht auseinander ziehen konnten lag am Versuchsaufbau:

1. Auf einer der beiden Seiten wäre statt 8 Pferden eine dicke Eiche ein gutes Widerlager gewesen (Archimedes: "Gebt mir einen festen Punkt im Raum und ich hebe Euch die Welt aus den Angeln")
2. Alle Pferde sind auf gleiche Signale trainiert: So ist das Anziehen der ersten acht Pferde für die zweiten acht das Signal stehen zu bleiben, wie beim „Seilziehen“.

Otto von Guericke kannte die notwendige Kraft genau: Er hat den Luftdruck auch „abgewogen“, wie Abb. 1.4 zeigt. Durch den Versuch mit dem Magdeburger Halbkugeln ist es ihm jedenfalls gelungen auch die Aufmerksamkeit des Kaisers auf seine Forschungen zu lenken, was seinen weiteren wissenschaftlichen Versuchen sicher förderlich war.

Viel weniger bekannt, aber für die damalige Zeit sensationell war das „Wasserbarometer“, das Otto von Guericke an der Außenwand seines Hauses anbrachte. Er wiederholte damit einen Versuch von Berti (siehe Abb. 1.5). Wahrscheinlich erkannte er als erster dessen praktische Bedeutung. Er sah: das Wasser stieg im Rohr dieses offenen Wasserbarometers „19 Magdeburgische Ellen“ hoch. Durch genaue Untersuchung der auftretenden Höhen-Schwankungen der Wassersäule über längere Zeit erkannte er einen Zusammenhang mit der Wetterlage und konnte schließlich das Wetter voraussagen. Das war für die Landwirtschaft sehr wichtig, grenzte aber zur damaligen Zeit nahezu an Zauberei.

Für die spätere Entwicklung der Druckmessung im Vakuum ist vor allem der Versuch von Torricelli von besonderer Bedeutung, weil die von ihm festgestellte Spiegeldifferenz der Quecksilbersäule von 760 mm lange Zeit die Basis für die

Vakuumphysik

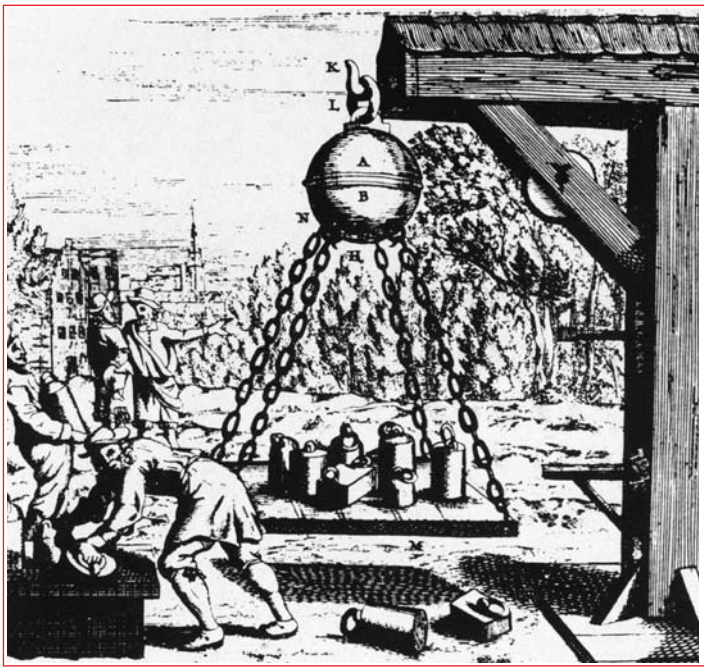


Abb. 1.4
Der Luftdruck wird gewogen

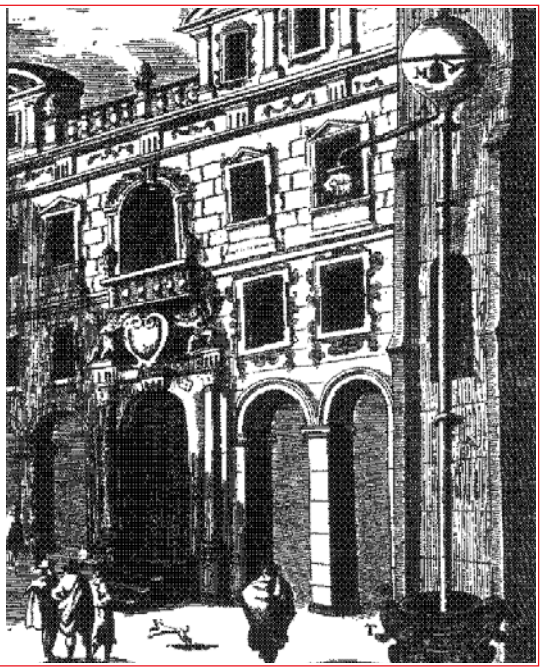


Abb. 1.5
Das Wasserbarometer von Berti

Messung von Drücken im Vakuumbereich war (siehe Abb. 1.1). Der 760-te Teil dieser Länge, also 1mm Hg Säule, wurde ihm zu Ehren 1 Torr genannt und ist noch heute vor allem in den angloamerikanischen Ländern die übliche Einheit bei der Messung von Vakuum-Drücken. Der Druck einer 760 mm hohen Quecksilbersäule auf die Unterlage ist (spezifisches Gewicht von Quecksilber bei 0 °C: 13,5951 p/cm^3):

76 cm · 13,5951 p/cm^3 = 1033,2276 p/cm^2 = 1,03323 kp/cm^2 = 1,03323 at

beim Übergang vom technischen Maßsystem (at) zum SI-System (Pa) ist mit der Erdbeschleunigung g = 9,81m/s^2 zu multiplizieren. Das ergibt:

1,03323 kp/cm^2 · 9,81 m/s^2 =
10,1325 kp/cm^2 · m/s^2

und das ergibt wegen 1 N = 1 kg · m/s^2 umgeformt:

10,1325 kp/cm^2 · m/s^2 = 10,1325 N/cm^2 = 10,1325 N/10^{-4} m^2 = 1013,25 · 10^2 Pa = 1013,25 mbar

1.2 Normalbedingungen

Dieser Druck p = 1013,25 mbar ist der Normaldruck bei Meeresniveau. Der Normaldruck und die Normaltemperatur t = 0 °C bzw. 273,15 K bilden zusammen die sogenannten „Normalbedingungen“.

Wegen 1013 mbar = 760 Torr gilt grob: mbar : Torr = 4 : 3.
Die Angabe „bei normal Bedingungen“ wird im Englischen oft mit „NTP“ für at NORMAL TEMPERATURE and PRESSURE bezeichnet.

1.3 Die atmosphärische Luft

Jede auf der Erde befindliche Vakuumanlage enthält vor ihrem Auspumpen Luft und ist während ihres Betriebes stets von Luft umgeben. Daher ist es notwendig, die physikalischen und chemischen Eigenschaften der atmosphärischen Luft zu kennen.

Die Atmosphäre besteht aus einer Reihe von Gasen, zu denen in der Nähe der Erdoberfläche noch Wasserdampf hinzukommt. Der Druck der Luftatmosphäre wird auf Meeresniveau bezogen. Die durchschnittliche Höhe diese Druckes beträgt 1013 mbar (gleich der früher verwendeten physikalischen Atmosphäre). In der Tabelle 8, Abschnitt 13 ist die Zusammensetzung der Normalatmosphäre mit einer relativen Feuchtigkeit von 50% bei einer Temperatur von 20 °C angegeben. Vakuumtechnisch ist bei der Zusammensetzung der Luft besonders zu beachten:

a) Der je nach Feuchtigkeitsgehalt in der Luft enthaltene Wasserdampf, der bei einem Auspumpen einer Vakuumanlage eine besondere Rolle spielt (siehe Abschnitt 2.1.2.4).

b) Der erhebliche Anteil des Edelgases Argon, der in Zusammenhang mit Auspumpvorgängen durch Sorptionspumpen zu beachten ist (siehe Abschnitt 4.1).

c) Trotz des geringen Gehaltes von nur etwa 5 ppm (parts per million) Helium in der Luft macht sich dieses Edelgas besonders bei solchen Ultrahochvakuum-Anlagen bemerkbar, die mit Viton gedichtet sind oder aus Glas bzw. Quarz bestehen. Helium vermag durch diese Stoffe in meßbarer Menge zu diffundieren.

Mit der Höhe über der Erdoberfläche nimmt der Druck der atmosphärischen Luft ab (siehe Abschnitt 13, Abb. 3). In etwa 100 km Höhe besteht Hochvakuum, oberhalb 400 km Ultrahochvakuum. Auch die Zusammensetzung der Luft ändert sich mit der Entfernung von der Erdoberfläche (siehe Abschnitt 13, Abb. 4).

1.4 Maßsysteme

Das Millibar ist weder im SI-System noch im cgs-System eine kohärente Einheit, aber die Faktoren zur Umrechnung in diese beiden Systeme sind einfache Zehnerpotenzen:
SI-System: 1 Pa = 10^{-2} mbar
cgs-System: 1 dyn/cm^2 = 1µbar = 10^{-3} mbar

Die drei Systeme cgs, SI (mks) und Technisches Maßsystem

Die Basiseinheiten sind in Tabelle 1.1 durch Fettdruck hervorgehoben. Bei der Umrechnung zwischen dem cgs-System und dem SI-Maßsystem treten nur glatte Zehnerpotenzen auf. Bei Umrechnung zwischen einem dieser beiden Systeme und dem Technischen Maßsystem tritt neben einer Zehnerpotenz immer auch die Erdbeschleunigung (g = 9,80665 m/s^2) als Faktor auf. Beachte, daß die Einheiten für Masse im SI-System und für Kraft im Technischen Maßsystem offiziell gleich heißen, nämlich: kg. Hier wurde zur klaren Unterscheidung zwischen kg-Masse und kg-Gewicht, ausnahmsweise die alte, heute nicht mehr zulässige Bezeichnung kp statt kg für kg-Gewicht gewählt.

System	Länge	Masse	Zeit	Beschl.	Kraft	Arbeit	Druck	Bemerkung
cgs	**cm**	**g**	**s**	cm/s^2	dyn = g · cm/s^2	erg = dyn · cm	dyn/cm^2	µbar = dyn/cm^2
↓	10^2	10^3	1	10^2	10^5	10^7	10	10^6
SI (mkgs)	**m**	**kg**	**s**	m/s^2	Newton	Joule	Pascal	bar = 10^5 Pa
					1N=kg · m/s^2	J = N · m =	Pa = N/m^2	mbar = 10^2 Pa
						kg · m^2/s^2 kg · m/s^2		
↓	1	1/9,81	1	1	1/9,81	1/9,81	1/9,81	1/9,81
Technisch	**m**	TME	**s**	m/s^2	**kp**	kp · m	kp/m^2 = mm WS	10^4 Kp/m^2 = at
		(kps^2/m)					kp/cm^2 = at	at = kp/cm^2

Tabelle 1.1
Die drei Maßsystme cgs, SI und Technisches Maßsystem

Eine Umrechnungs-Tabelle für verschiedene Druckeinheiten steht in Tabelle 13.2 des im Abschnittes „Tabellen, Formeln, Diagramme“ am Ende des Buches.

1.5 Vakuumtechnik bei Oerlikon Leybold Vacuum

Die Firma Leybold, die im Jahre 2000 ihr 150-jähriges Bestehen feierte, war von Beginn an mit der Weiterentwicklung der Vakuumtechnik befaßt. Ursprünglich waren es nur Vakuumgeräte für wissenschaftliche Versuche. Dann war es vor allem Wolfgang Gaede, dem Schöpfer vieler moderner Vakuumpumpen, der eine Reihe bahnbrechender Neukonstuktionen entwickelte. Nach und nach gab es immer mehr technische Anwendungen, die sowohl die Weiterentwicklung bekannter Pumpprinzipien vorantrieb als auch die Entwicklung innovativer, neuer Techniken initiierte.

Die Tabelle 1.2 zeigt wichtige Meilensteine der Entwicklung von Vakuumpumpen aus Sicht der Oerlikon Leybold Vakuum GmbH.

seit 1850	Vakuumgeräte für wissenschaftliche Versuche
1905	Rotierende Quecksilberhochvakuumpumpe
1909	Kapselpumpe von Gaede
1913	Molekularreibungspumpe von Gaede
1915	Quecksilberdiffusionpumpen von Gaede
1935	Gaballastpumpe Gaede
1954	Wälzkolbenpumpen RUVAC (Rootspumpen, Rootsgebläse)
1967	Drehschieberpumpe mit angeflanschtem Motor: TRIVAC A
1971	Turbomolekularpumpe (ölgeschmiert)
1975	1. Magnetgelagerte Turbo-Molekularpumpe T 550 M
1976	Refrigeratorkryopumpe COOLVAC
1981	Drehschieberpumpe mit angeflanschtem Motor und integrierter Ölpumpe: TRIVAC B
1991	1. Kryopumpe mit Schnellregeneration COOLVAC FIRST
1998	Hubkolbenpumpe EcoDry L
1999	Hubkolbenpumpe EcoDry M

Tabelle 1.2

1.6 Größen, deren Formelzeichen, Einheiten und Definitionen

(Vergleiche DIN 28400, Teil 1, 1990, DIN 1314 und DIN 28402)

1.6.1 Vakuumtechnische Grundbegriffe

Druck p (mbar)
von Fluiden (Gasen, Flüssigkeiten). (Größe: Druck; Formelzeichen: p; Einheit: Millibar; Einheitenzeichen: mbar). Der Druck ist nach DIN 1314 definiert als Quotient von Normalkraft auf die Fläche und Inhalt dieser Fläche (Flächenbezogene Kraft). Wenn auch das Torr als Einheit für den Druck nicht mehr verwendet wird (siehe Abschnitt 14.3 und Abschnitt 13, Tabelle 1), so soll dennoch kurz die „Anschaulichkeit“ dieser Druckeinheit erwähnt werden: 1 Torr ist derjenige Gasdruck, der eine Quecksilbersäule bei 0 °C um 1 mm zu heben vermag. (Der normale Atmosphärendruck beträgt 760 Torr oder 760 mm Hg). Der Druck p kann durch Indices näher gekennzeichnet werden:

Absoluter Druck p_{abs}
In der Vakuumtechnik wird stets der absolute Druck angegeben, so daß der Index „abs“ im allgemeinen entfallen kann.

Totaldruck p_t
Der Totaldruck in einem Behälter setzt sich aus der Summe der Partialdrücke (Teildrükke) aller darin befindlichen Gase und Dämpfe zusammen.

Partialdruck p_i
Der Partialdruck eines bestimmten Gases oder Dampfes ist derjenige Druck, den dieses Gas bzw. dieser Dampf haben würde, wenn sie allein im Behälter vorhanden wären.
Wichtiger Hinweis: Unter Partialdruck in einem Gas-Dampf-Gemisch wird – insbesondere in der Grobvakuumtechnik – oft die Summe der Partialdrücke aller im Gemisch vorhandenen, nicht kondensierbaren Komponenten verstanden; zum Beispiel bei dem **Partialenddruck** einer Drehschieberpumpe.

Sättigungsdampfdruck p_s
Der Druck des gesättigten Dampfes heißt Sättigungsdampfdruck p_s. Bei einem gegebenem Stoff ist p_s eine Funktion der Temperatur.

Vakuumphysik

Dampfdruck p_d
Anteiliger Druck der bei Temperatur von flüssigem Stickstoff (LN_2) kondensierbaren Dämpfe.

Normdruck p_n
Unter Normdruck p_n versteht man nach DIN 1343 den Druck p_n = 1013,25 mbar.

Enddruck p_{end}
Der in einem Vakuumbehälter erreichbare niedrigste Druck, der sogenannte Enddruck p_{end}, wird nicht nur vom Saugvermögen der Pumpe, sondern auch von dem Dampfdruck p_d der in der Pumpe verwendeten Schmier-, Dichtungs- und Treibmittel mitbestimmt. Wird ein Behälter beispielsweise lediglich mit einer ölgedichteten Verdrängerpumpe evakuiert, so wird der erreichbare Enddruck in erster Linie durch den Dampfdruck des verwendeten Pumpenöls, je nach Sauberkeit des Behälters außerdem noch durch die von den Behälterwänden abgegebenen Dämpfe und naturgemäß auch von der Dichtheit des Vakuumbehälters bestimmt.

Umgebungsdruck p_{amb}
oder **Atmosphärendruck (absolut)**

Überdruck p_e
(Index aus dem Englischen: „excessive“)

$$p_e = p_{abs} - p_{amb}$$

Dabei bedeuten positive Werte von p_e Überdruck und negative Unterdruck.

Arbeitsdruck p_{arb}
Beim Evakuieren eines Behälters werden aus diesem Gase und/oder Dämpfe entfernt. Dabei verstehen wir unter Gas Materie in gasförmigem Zustand, die bei der Betriebstemperatur nicht kondensierbar ist. Dampf ist ebenfalls Materie in gasförmigem Zustand, die aber bei den herrschenden Temperaturen kondensierbar ist. Gesättigter Dampf schließlich ist Materie, die bei der herrschenden Temperatur als Gas mit der flüssigen Phase des gleichen Stoffes im Gleichgewicht steht. Eine strenge Unterscheidung zwischen Gasen und Dämpfen wird an den folgenden Textstellen nur dann gemacht, wenn es zum Verständnis erforderlich ist.

Teilchenanzahldichte n (cm^{-3})
Die volumenbezogene Anzahl n der Gasteilchen ist nach der kinetischen Gastheorie vom Druck p und der thermodynamischen Temperatur T abhängig gemäß

$$p = n \cdot k \cdot T \qquad (1.1)$$

n. . . Teilchenanzahldichte
k. . . Boltzmann-Konstante.

Bei einer bestimmten Temperatur ist demnach der Druck eines Gases lediglich von der Teilchenanzahldichte, nicht aber von der Gasart abhängig. Die Art eines gasförmigen Teilchens wird unter anderem durch seine Masse m_T charakterisiert.

Gasdichte ρ ($kg \cdot m^{-3}$, $g \cdot cm^{-3}$)
Das Produkt aus Teilchenanzahldichte n und Teilchenmasse m_T ist die Gasdichte ρ:

$$\rho = n \cdot m_T \qquad (1.2)$$

Das ideale Gasgesetz
Zwischen der Masse m_T eines Gasteilchens und der molaren Masse M dieses Gases besteht die Beziehung

$$M = N_A \cdot m_T \qquad (1.3)$$

Die Avogadro-Konstante N_A gibt an, wieviel Gasteilchen in einem Mol Gas enthalten sind. Darüber hinaus ist sie der Proportionalitätsfaktor zwischen Gaskonstante R und Boltzmann-Konstante k:

$$R = N_A \cdot k \qquad (1.4)$$

Aus den vorstehenden Gleichungen (1.1) bis (1.4) folgt unmittelbar der Zusammenhang zwischen dem Druck p und der Gasdichte ρ eines idealen Gases

$$p = \rho \cdot \frac{R \cdot T}{M} \qquad (1.5)$$

In der Praxis wird häufig ein bestimmtes abgeschlossenes Volumen V betrachtet, in dem sich das Gas unter einem bestimmten Druck p befindet. Ist m die Masse des Gases, die sich in dem Volumen befindet, so ist

$$\rho = \frac{m}{V} \qquad (1.6)$$

Aus Gleichung (1.5) folgt damit unmittelbar die Allgemeine Zustandsgleichung für ideale Gase

$$p \cdot V = \frac{m}{M} \cdot R \cdot T = \upsilon \cdot R \cdot T \qquad (1.7)$$

Hier ist der Quotient m/M die Anzahl der im Volumen V befindlichen Mole υ.

Für m/M = 1, also für 1 Mol gilt die einfachere Form:

$$p \cdot V = R \cdot T \qquad (1.7a)$$

Das folgende Zahlenbeispiel möge, unter Benutzung der Zahlenwerte in Abschnitt 13, Tabelle 4, den Zusammenhang zwischen Masse des Gases und Druck bei Gasen mit unterschiedlicher molarer Masse veranschaulichen. In einem 10-Liter Volumen sei bei 20 °C

a) 1g Helium
b) 1g Stickstoff

enthalten. Bei Verwendung der Gleichung (1.7) ergibt sich dann mit V = 10ℓ, m = 1g, R = 83,14 mbar $\cdot \ell \cdot$ $mol^{-1} \cdot K^{-1}$, T = 293 K (20 °C)

im Falle a) mit M = 4 $g \cdot mol^{-1}$ (einatomiges Gas):

$$p = \frac{1 \cdot g \cdot 83{,}14 \cdot mbar \cdot \ell \cdot mol^{-1} \cdot K^{-1} \cdot 293 \cdot K}{10 \cdot \ell \cdot K \cdot 4 \cdot g \cdot mol^{-1}} =$$

= 609 mbar

im Falle b) mit M = 28 $\cdot$ g $\cdot$ mol^{-1} (zweiatomiges Gas):

$$p = \frac{1 \cdot g \cdot 83{,}14 \cdot mbar \cdot \ell \cdot mol^{-1} \cdot K^{-1} \cdot 293 \cdot K}{10 \cdot \ell \cdot K \cdot 28 \cdot g \cdot mol^{-1}} =$$

= 87 mbar

Hieraus ergibt sich, paradox erscheinend, daß eine bestimmte Masse eines leichten Gases einen höheren Druck ausübt als die gleiche Masse eines schwereren Gases. Berücksichtigt man jedoch, daß bei gleicher Gasdichte (siehe Gleichung 1.2) mehr Teilchen eines leichten Gases (großes n, kleines m) vorhanden sind als beim schweren Gas (kleines n, großes m), so wird das Ergebnis verständlich, weil für die Höhe des Druckes bei gleicher Temperatur (siehe Gleichung 1.1) nur die Teilchenanzahldichte n maßgebend ist.

Hauptaufgabe der Vakuumtechnik ist, die Teilchenanzahldichte n in einem vorgegebenen Volumen V zu verringern. Bei konstanter Temperatur kommt dies immer einer Erniedrigung des Gasdruckes p gleich. Es muß an dieser Stelle aber ausdrücklich darauf hingewiesen werden, daß sich eine Druckerniedrigung (unter Beibehaltung des Volumens) nicht nur durch eine Verringerung der Teilchenanzahldichten n sondern (gemäß Gleichung 1.5) auch durch Erniedrigung der Temperatur T bei gleichbleibender Gasdichte erreichen läßt. Dieser wichti-

ge Sachverhalt muß immer dann berücksichtigt werden, wenn im Volumen V nicht überall die gleiche Temperatur herrscht.

In der Vakuumtechnik werden die folgenden wichtigen Begriffe häufig benutzt:

Volumen V (ℓ, m^3, cm^3)
Mit Volumen wird
a) der rein geometrische, meist vorgegebene, ausrechenbare Rauminhalt eines Vakuumbehälters oder einer ganzen Vakuumanlage einschließlich der Leitungen und Verbindungsräume bezeichnet.
b) das druckabhängige Volumen eines Gases oder Dampfes, das z.B. durch eine Pumpe gefördert oder durch ein Sorptionsmittel sorbiert wird.

Volumendurchfluß (Volumenstrom) q_v
(ℓ/s, m^3/h, cm^3/s)
Volumendurchfluß bezeichnet das Volumen des pro Zeiteinheit durch ein Leitungselement bei dem jeweils herrschenden Druck und der jeweils herrschenden Temperatur strömenden Gases. Dabei muß man sich klar machen, daß je nach Druck und Temperatur die Anzahl der geförderten Teilchen bei gleichem Volumendurchfluß verschieden ist.

Saugvermögen S (ℓ/s, m^3/h, cm^3/s)
Das Saugvermögen einer Pumpe ist der Volumendurchfluß durch die Ansaugöffnung der Pumpe.

$$S = \frac{dV}{dt} \qquad (1.8a)$$

Bleibt S während des Pumpvorganges konstant, so kann man statt des Differentialquotienten den Differenzenquotienten setzen:

$$S = \frac{\Delta V}{\Delta t} \qquad (1.8b)$$

(Eine Umrechnungstabelle für die verschiedenen Einheiten des Saugvermögens befindet sich in Abschnitt 13, Tabelle 6).

Gasmenge (pV-Wert), (mbar · ℓ)
Die Menge eines Gases kann man durch seine Masse oder sein Gewicht in den üblichen Masse- oder Gewichtseinheiten angeben. In der vakuumtechnischen Praxis ist jedoch das Produkt p · V oft interessanter als Masse oder Gewicht einer Gasmenge. Es hat die Dimension einer Energie und wird in Millibar · Liter (mbar · ℓ) angegeben (Gleichung 1.7). Bei Kenntnis von Gasart und Temperatur läßt sich an Hand von Gleichung 1.7b die Masse m der Gasmenge aus dem Produkt p · V errechnen:

$$p \cdot V = \frac{m}{M} \cdot R \cdot T \qquad (1.7)$$

$$m = \frac{p \cdot V \cdot M}{R \cdot T} \qquad (1.7b)$$

In der Praxis spricht man meistens, nicht ganz richtig, von der „Gasmenge“ p · V eines bestimmten Gases. Diese Angabe ist unvollständig: stillschweigend wird dabei die Gastemperatur T, meist die Zimmertemperatur (293 K), als bekannt vorausgesetzt.

Beispiele: Die Masse von 100 mbar · ℓ Stickstoff (N_2) bei Zimmertemperatur (ca. 300 K) ist:

$$m = \frac{100\ \text{mbar} \cdot \ell \cdot 28\,\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}}{83{,}14\ \text{mbar} \cdot \ell \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1} \cdot 300\ \text{K}} =$$

$$= \frac{2800}{300 \cdot 83}\,\text{g} = 0{,}112\ \text{g}$$

Analog dazu bei T = 300 K:

$$1\ \text{mbar} \cdot \ell\ O_2 = 1{,}28 \cdot 10^{-3}\,\text{g}\ \ O_2$$

$$70\ \text{mbar} \cdot \ell\ \ \text{Ar} = 1{,}12\ \text{g} \cdot 10^{-1}\ \text{g}\ \ \ \text{Ar}$$

Die pro Zeiteinheit durch ein Leitungselement strömende Gasmenge kann man – entsprechend den beiden oben beschriebenen Begriffen für Gasmengen – auf zweierlei Weise angeben und zwar als:

Massendurchfluß q_m (kg/h, g/s),
auch **Massenstrom** genannt,
wobei dies die zeitbezogene Masse eines Gases ist, die durch ein Leitungselement strömt

$$q_m = \frac{m}{t} \qquad \text{oder als}$$

pV-Durchfluß q_{pV} (mbar · ℓ · s^{-1}),
auch **pV-Strom** genannt.
Der pV-Durchfluß ist das Produkt aus Druck und Volumen einer durch ein Leitungselement strömenden Gasmenge dividiert durch die Zeit, also:

$$q_{pV} = \frac{p \cdot V}{t} = \frac{d(p \cdot V)}{dt}$$

Der pV-Strom ist ein Maß für den Massenstrom des Gases, wobei die Temperatur anzugeben ist.

Saugleistung einer Pumpe q_{pV}
Die Saugleistung einer Pumpe ist entweder gleich dem Massendurchfluß durch die Ansaugöffnung der Pumpe:

$$q_m = \frac{m}{t} \qquad (1.9)$$

oder gleich dem pV-Durchfluß durch die Ansaugöffnung der Pumpe:

$$q_{pV} = \frac{p \cdot V}{t} \qquad (1.10)$$

meist angegeben in mbar · ℓ · s^{-1}. Hierin ist p der Druck auf der Ansaugseite der Pumpe. Sind p und V auf der Ansaugseite der Pumpe konstant, so ist die Saugleistung dieser Pumpe durch die einfache Beziehung

$$q_{pV} = p \cdot S \qquad (1.10a)$$

gegeben, wobei S das Saugvermögen dieser Pumpe beim Ansaugdruck p ist.

(Die Saugleistung einer Pumpe wird vielfach auch mit Q bezeichnet)

Der Begriff der Saugleistung ist in der Praxis von großer Bedeutung und darf nicht mit dem Saugvermögen verwechselt werden! Die Saugleistung ist die von der Pumpe in der Zeiteinheit abtransportierte Gasmenge in mbar · ℓ/s; das Saugvermögen ist die von der Pumpe in der Zeiteinheit zur Verfügung gestellte „Transportkapazität“ in m^3/h oder ℓ/s.

Die Saugleistung ist wichtig für die Bestimmung der Größe einer Vorpumpe im Verhältnis zur Größe einer in Reihe geschalteten Hochvakuumpumpe um sicherzustellen, daß das von der Hochvakuumpumpe geförderte Gas sicher von der Vorvakuumpumpe „übernommen“ werden kann (siehe Abschnitt 5.2.4).

Strömungsleitwert L ($\ell \cdot s^{-1}$)
Der pV-Durchfluß durch ein beliebiges Leitungselement, z.B. Rohr- oder Schlauchleitungen, Ventile, Düsen, Öffnungen in einer Wand zwischen zwei Behältern usw., ist gegeben durch

$$q_{pV} = L(p_1 - p_2) = \Delta p \cdot L \qquad (1.11)$$

Hierin ist $\Delta p = (p_1 - p_2)$ die Differenz der Drücke am Ein- und Ausgang des Leitungs-

elementes. Der Proportionalitätsfalktor L wird als Strömungsleitwert oder kurz als Leitwert bezeichnet. Er ergibt sich aus der Geometrie des Leitungselementes und ist in einigen Fällen einfacher Anordnungen errechenbar (siehe Abschnitt 1.8)

Im Gebiet des Hoch- und Ultrahochvakuums ist L eine druckunabhängige Konstante, im Gebiet des Grob- und Feinvakuums aber eine vom Druck abhängige Größe. Infolgedessen muß die Berechnung von L für die Leitungselemente in den einzelnen Druckbereichen getrennt durchgeführt werden (näheres hierüber siehe Abschnitt 1.8)

In Anlehnung an die Definition des Volumendurchflusses kann man auch sagen: Der Leitwert L ist der Volumendurchfluß durch ein Leitungselement. Die Gleichung (1.11) kann man als „Ohm'sches Gesetz der Vakuumtechnik" bezeichnen, in dem q_{pV} dem Strom, Δp der Spannung und L dem elektrischen Leitwert entspricht. In Analogie zum Ohmschen Gesetz der Elektrizitätslehre ist der Strömungswiderstand

$$W = \frac{1}{L}$$

als reziproker Wert des Stömungsleitwertes eingeführt worden. Die Gleichung (1.11) läßt sich dann umschreiben in:

$$q_{pV} = \frac{1}{W} \cdot \Delta p \qquad (1.12)$$

Daraus folgt unmittelbar für die Serienschaltung:

$$W_{ges} = W_1 + W_2 + W_3 \ldots \qquad (1.13)$$

Bei Parallelschaltung gilt:

$$\frac{1}{W_{ges}} = \frac{1}{W_1} + \frac{1}{W_2} + \frac{1}{W_3} + \cdots \qquad (1.13a)$$

Leckrate q_L (mbar·ℓ·s^{-1})
Nach der obigen Definition ist es ohne weiteres verständlich, daß die Größe einer Gasströmung durch Lecks, also durch unerwünschte Leitungselemente, auch in mbar·ℓ·s^{-1} angegeben wird. Eine Leckrate wird oft unter der Bedingung gemessen oder angegeben, daß auf der einen Seite des Lecks Atmosphärendruck und auf der anderen Vakuum ($p < 1$ mbar) herrscht. Falls unter genau diesen Bedingungen Helium (z.B. als Prüfgas) durch das Leck strömt, spricht man von „Helium-Standard-Bedingungen".

Gasabgabe (mbar·ℓ)
Unter der Gasabgabe versteht man die Abgabe von Gasen und Dämpfen von den Wänden eines Vakuumbehälters oder anderen Bauteilen in das Innere einer Vakuumanlage. Auch diese Gasmenge wird durch das Produkt $p \cdot V$ charakterisiert, wobei V das Volumen des Behälters ist, in das die Gase abgegeben werden und p, besser Δp, die Druckerhöhung, die durch die abgegebenen Gase in diesem Volumen hervorgerufen wird.

Gasabgaberate (mbar·ℓ·s^{-1})
Die Gasabgaberate ist die zeitbezogene Gasabgabe, angegeben in mbar·ℓ·s^{-1}.

Gasabgaberate (mbar·ℓ·s^{-1}·cm^{-2}) **(flächenbezogen)**
Für die Abschätzung der abzupumpenden Gasmenge ist die Kenntnis der Größe der inneren Oberfläche, deren Material und Oberflächenbeschaffenheit, ihrer flächenbezogenen Gasabgaberate und deren zeitlicher Verlauf wichtig.

Mittlere freie Weglänge λ (cm) und **Stoßrate z** (s^{-1})
Die Vorstellung, daß ein Gas aus einer großen Anzahl diskreter Teilchen besteht, zwischen denen abgesehen von den Zusammenstößen keine Kräfte wirken, hat zu einer Reihe von theoretischen Überlegungen geführt, die wir heute unter der Bezeichnung **Kinetische Gastheorie** zusammenfassen.

Eine der ersten und zugleich hervorragendsten Leistungen dieser Theorie war die Berechnung des Gasdruckes p als Funktion der Gasdichte und des mittleren Geschwindigkeitsquadrates c^2 der einzelnen Gasteilchen der Teilchenmasse m_T:

$$p = \frac{1}{3} \cdot \rho \cdot \overline{c^2} = \frac{1}{3} \cdot n \cdot m_T \cdot \overline{c^2} \qquad (1.14)$$

$$\text{mit} \quad \overline{c^2} = 3 \cdot \frac{k \cdot T}{m_T} \qquad (1.15)$$

Die Gasteilchen fliegen mit allen möglichen Geschwindigkeiten geradlinig durcheinander und stoßen dabei sowohl mit den Behälterwänden als auch untereinander (elastisch) zusammen. Diese Bewegung der Gasteilchen wird mit Hilfe der kinetischen Gastheorie zahlenmäßig beschrieben. Die durchschnittliche zeitbezogene Anzahl der Zusammenstöße eines Teilchens, die sogenannte Stoßzahl z und die Strecke, die jedes Gasteilchen im Mittel zwischen zwei Zusammenstößen mit anderen Teilchen zurücklegt, die sogenannte mittlere freie Weglänge λ, werden als Funktion der mittleren Teilchengeschwindigkeit $\bar{c}$, des Teilchendurchmessers 2r und der Teilchenanzahldichte n – in sehr guter Näherung – wie folgt beschrieben:

$$z = \frac{\bar{c}}{\lambda} \qquad (1.16)$$

$$\text{mit} \quad \bar{c} = \sqrt{\frac{8 \cdot k \cdot T}{\pi \cdot m_T}} = \sqrt{\frac{8 \cdot R \cdot T}{\pi \cdot M}} \qquad (1.17)$$

$$\text{und} \quad \lambda = \frac{1}{\pi \cdot \sqrt{2} \cdot n \cdot (2r)^2} \qquad (1.18)$$

Hiernach ist die mittlere freie Weglänge λ der Teilchenanzahldichte n und damit, gemäß Gleichung (1.1), dem Druck p umgekehrt proportional. Bei konstanter Temperatur T gilt daher für jedes Gas die Beziehung

$$\lambda \cdot p = \text{const} \qquad (1.19)$$

Zur Berechnung der mittleren freien Weglänge λ für beliebige Drücke bei verschiedenen Gasen dienen die Tabelle 13.3 und die Abbildung 13.1 in Abschnitt 13. An gleicher Stelle sind die wichtigsten Gleichungen der Gaskinetik für die Vakuumtechnik zusammengestellt (Tabelle 13.4).

Flächenstoßrate z_A (cm^{-2} · s^{-1}) und **Bedeckungszeit** τ (s)
Zur Kennzeichnung des Druckzustandes im Ultrahochvakuum-Bereich wird häufig die Zeitdauer angegeben, die zum Aufbau einer monomolekularen oder monoatomaren Schicht auf einer gasfreien Oberfläche unter der Voraussetzung benötigt wird, daß jedes Teilchen auf der Oberfläche haften bleibt. Diese Bedeckungszeit hängt eng mit der sogenannten Flächenstoßrate z_A zusammen. Bei einem ruhenden Gas gibt die Flächenstoßrate die Anzahl der Teilchen an, die je Zeit- und Flächeneinheit auf die Oberfläche im Vakuumbehälter auftreffen:

$$z_A = \frac{n \cdot \bar{c}}{4} \qquad (1.20)$$

Ist a die Anzahl der für ein bestimmtes Gas aufnahmefähigen Oberflächenplätze je Flächeninhalt, so ist die Bedeckungszeit

$$\tau = \frac{a}{z_A} = \frac{4 \cdot a}{n \cdot \bar{c}} \qquad (1.21)$$

Volumen-Stoßrate z_V ($cm^{-3} \cdot s^{-1}$)
Dies ist das Produkt aus Stoßrate z und **halber** Teilchenanzahldichte n, da der Zusammenstoß von **zwei** Teilchen nur als **ein** Stoß zu zählen ist:

$$z_V = \frac{n}{2} \cdot z \qquad (1.21a)$$

1.6.2 Die Gasgesetze und Modellvorstellungen

1.6.2.1 Kontinuumstheorie

Modellvorstellung: Gas ist „gießbar" und strömt ähnlich wie eine Flüssigkeit (Fluid). Die Kontinuumstheorie und die folgende Zusammenstellung der Gasgesetze beruht auf Erfahrung und kann alle Vorgänge in Gasen in der Nähe des Atmosphärendrukkes erklären. Erst als es gelang, Gase durch immer bessere Vakuumpumpen so sehr zu verdünnen, daß die mittlere freie Weglänge weit über die Gefäßabmessungen anstieg, waren weitergehende Annahmen nötig, die schließlich zur kinetischen Gastheorie geführt haben. Die kinetische Gastheorie gilt im gesamten Druckgebiet, die Kontinuumstheorie stellt den (historisch älteren) Sonderfall der Gasgesetze für atmosphärische Bedingungen dar.

Zusammenstellung der wichtigsten Gasgesetze (Kontinuumstheorie)

Gesetz von Boyle-Mariotte

$$p \cdot V = \text{konst.}$$

für T = konstant (isotherm)

Gesetz von Gay-Lussac (Charles)

$$V = V_0(1 + \beta \cdot t)$$

für p = konstant (isobar)

Gesetz von Amonton

$$p = p_0(1 + \gamma \cdot t)$$

für V = konstant (isochor)

Gesetz von Dalton

$$\sum_i p_i = p_{total}$$

Gesetz von Poisson

$$p \cdot V^{\kappa} = \text{konst}$$

(adiabatisch)

Gesetz von Avogadro

$$\frac{m_1}{V_1} : \frac{m_2}{V_2} = M_1 : M_2$$

Allgemeine Gasgleichung

$$p \cdot V = \frac{m}{M} \cdot R \cdot T = \nu \cdot R \cdot T$$

auch: **Zustandsgleichung für ideale Gase** (aus der Kontinuumstheorie)

Van der Waals-Gleichung
auch: **Zustandsgleichung für reale Gase**

$$(p + \frac{a}{V_m^2}) \cdot (V_m - b) = R \cdot T$$

a, b = Konstante (Binnendruck, Kovolumen)
V_m = molares Volumen oder Molvolumen

Clausius-Clapeyron'sche Gleichung

$$L = T \cdot \frac{dp}{dT} \cdot (V_{m,d} - V_{m,fl})$$

L = Verdampfungswärme,
T = Verdampfungstemperatur
$V_{m,d}$, $V_{m,fl}$ = Molvolumen von Dampf bzw. Flüssigkeit

1.6.2.2 Kinetische Gastheorie

Nach dem Siegeszug der atomistischen Weltanschauung verbunden mit dem Zwang die Vorgänge in stark verdünnten Gasen zu erklären (wo die Kontinuumstheorie versagt) wurde die Kinetische Gastheorie entwickelt. Mit ihrer Hilfe kann nicht nur die allgemeine Gasgleichung auf anderem Weg hergeleitet werden, sondern auch viele andere Gaskinetische Größen wie Stoßzahlen, mittlere freie Weglänge, Wiederbedeckungszeit, Diffusionskonstante und viele andere Größen berechnet werden.

Modellvorstellungen/Grundannahmen:

1. Atome/Moleküle sind punktförmig,
2. Kräfte unter diesen werden nur bei Stößen übertragen,
3. die Stöße sind elastisch,
4. „molekulare Unordnung".

Ein besonders vereinfachtes Modell stammt von **Krönig**: In einem Würfel sind N Teilchen, die zu je ⅙ mit der Geschwindigkeit c auf die Würfelflächen zufliegen; ist die Kantenlänge des Würfels 1 cm so sind in ihm n Teilchen (Teilchenanzahldichte); pro Zeiteinheit erreichen $n \cdot c \cdot \Delta t/6$ Moleküle jede Wand, wo die Impulsänderung je Molekül wegen der Richtungsänderung um 180° gleich $2 \cdot m_T \cdot c$ ist. Die Summe der Impulsänderungen aller auftreffenden Moleküle ergibt die auf diese Wand wirkende Kraft bzw. den pro Flächeneinheit auf die Wand wirkenden Druck.

$$\frac{n}{6} \cdot c \cdot 2 \cdot m_T \cdot c = \frac{1}{3} \cdot n \cdot c^2 \cdot m_T = p$$

mit $n = \frac{N}{V}$

wird daraus $p \cdot V = \frac{1}{3} \cdot N \cdot m_T \cdot c^2$

Allgemeine Gasgleichung (aus der kinetische Gastheorie)

Ersetzt man c^2 durch $\overline{c^2}$, so ergibt ein Vergleich dieser beiden „allgemeinen" Gasgleichungen:

$$p \cdot V = \frac{m}{M} \cdot R \cdot T = \frac{1}{3} \cdot N \cdot m_T \cdot \overline{c^2} \quad \text{oder}$$

$$p \cdot V = N \cdot (\frac{m_T \cdot R}{M}) \cdot T = \frac{2}{3} \cdot N \cdot (\frac{m_T \cdot \overline{c^2}}{2})$$

Der Klammerausdruck auf der linken Seite ist die Bolzmann-Konstante k, der auf der rechten Seite ein Maß für die mittlere kinetische Energie der Moleküle:

Bolzmann-Konstante

$$k = \frac{m_T \cdot R}{M} = 1{,}38.10^{-23} \ \frac{J}{K}$$

Mittlere kinet. Energie der Moleküle

$$\overline{E_{kin}} = \frac{m_T \cdot \overline{c^2}}{2}$$

also $p \cdot V = N \cdot K = \frac{2}{3} \cdot N \cdot \overline{E_{kin}}$

In der Form gibt die Gasgleichung eine gaskinetische Deutung der Temperatur!

Die Teilchenmasse ist

$$m_T = \frac{M}{N_A} = \frac{\text{Masse / mol}}{\text{Teilchen / mol}}$$

darin ist N_A die Avogadro-Konstante (früher: Loschmidtsche Zahl).

Avogadro-Konstante

$N_A = 6{,}022 \cdot 10^{23}\ \text{mol}^{-1}$

Für 1 Mol ist $\frac{m_T}{M} = 1$ und

$V = V_m = 22{,}414\ \ell$ (Molvolumen);

Damit ergibt sich bei Normalbedingungen ($T_n = 273{,}15$ K und $p_n = 1013{,}25$ mbar) aus der Allgemeinen Gasgleichung

$$p \cdot V = \frac{m}{M} \cdot R \cdot T$$

für die Allgemeine Gaskonstante

$$R = \frac{1013{,}25\ \text{mbar} \cdot 22{,}4\ \ell \cdot \text{mol}^{-1}}{273{,}15\ \text{K}} =$$

$$= 83{,}14 \frac{\text{mbar} \cdot \ell}{\text{mol} \cdot \text{K}}$$

1.7 Die Druckbereiche der Vakuumtechnik und ihre Charakterisierung

(siehe hierzu auch Tabelle 9 in Abschnitt 13) In der Vakuumtechnik ist es üblich, den großen Druckbereich, der mehr als 16 Zehnerpotenzen umfaßt, in einzelne, kleinere Bereiche zu unterteilen, die man im allgemeinen wie folgt begrenzt:

Grobvakuum (GV)	1000 – 1	mbar
Feinvakuum (FV)	$1 - 10^{-3}$	mbar
Hochvakuum (HV)	$10^{-3} - 10^{-7}$	mbar
Ultrahochvakuum (UHV)	$10^{-7} - (10^{-14})$	mbar

Dieser Einteilung haftet natürlich eine gewisse Willkür an. So bezeichnet vor allem der Chemiker das ihn interessierende Gebiet zwischen 100 und 1 mbar häufig als Zwischenvakuum und manch ein Techniker spricht im gesamten Vakuumbereich nicht von Vakuum, sondern von Unterdruck. Die oben aufgeführten Druckbereiche lassen sich aber recht gut durch Betrachtung gaskinetischer Zusammenhänge und nach Art der Gasströmungen unterscheiden. Auch die Arbeitstechnik in den verschiedenen Bereichen ist unterschiedlich.

Im Gebiet der viskosen Strömung ist die Vorzugsrichtung der Geschwindigkeit aller Gasmoleküle gleich der makroskopischen Strömungsrichtung des Gases. Eine derartige Ausrichtung wird dadurch erzwungen, daß die Gasteilchen dicht gepackt sind und untereinander weit häufiger zusammenstoßen als mit den Begrenzungswänden der Apparatur. Die makroskopische Geschwindigkeit des Gases ist eine „Gruppengeschwindigkeit“ und ist nicht identisch mit der „Thermischen Geschwindigkeit“ der Gasmoleküle.

Im Gebiet der Molekularströmung überwiegen dagegen Stöße der Teilchen auf die Wände. Durch Reflexion, aber auch durch Desorption nach einer gewissen Verweilzeit auf den Behälterwänden, kann ein Gasteilchen im Hochvakuumbereich jede beliebige Richtung erlangen, von einer Strömung im makroskopischen Sinn kann nicht mehr gesprochen werden.

Es wäre wenig sinnvoll, wollte man die Vakuumdruckbereiche in Abhängigkeit von den jeweiligen geometrischen Betriebsbedingungen festlegen. Die Grenzen der einzelnen Druckbereiche (siehe Tabelle 9 in Abschnitt 13) sind so gewählt worden, daß bei normal dimensionierten Laboranlagen im Grobvakuum die Stöße der Gasteilchen untereinander, im Hoch- und Ultrahochvakuum dagegen die Stöße der Gasteilchen auf die Behälterwände überwiegen.

Im Hoch- und Ultrahochvakuumbereich ist die Beschaffenheit der Wände eines Vakuumbehälters von ausschlaggebender Bedeutung, denn unterhalb 10^{-3} mbar befinden sich durchwegs mehr Gasmoleküle auf den Oberflächen als im Gasraum selbst. Nimmt man an, daß sich auf der Innenwand einer evakuierten Kugel von 1ℓ Volumen eine monomolekulare adsorbierte Schicht befindet, so ist das Verhältnis der Anzahl der adsorbierten Teilchen zur Anzahl der freien Teilchen im Raum:

bei 1	mbar	10^{-2}
bei 10^{-6}	mbar	10^{+4}
bei 10^{-11}	mbar	10^{+9}

Aus diesem Grund dient zur Charakterisierung des Ultrahochvakuums und zur Abgrenzung diese Bereiches gegen den Hochvakuumbereich die Bedeckungszeit τ (siehe Abschnitt 1.1). Die Bedeckungszeit τ beträgt im Hochvakuum nur Bruchteile von Sekunden, im Ultrahochvakuum dagegen Minuten und Stunden. Gasfreie Oberflächen lassen sich daher nur unter Ultrahochvakuum-Bedingungen herstellen und über längere Zeiträume aufrecht erhalten.

Mit dem Druck ändern sich noch weitere physikalische Eigenschaften. So sind unter anderem die Wärmeleitfähigkeit und die innere Reibung von Gasen im Feinvakuumgebiet sehr stark vom Druck abhängig. Im Grob- und Hochvakuumgebiet dagegen sind diese beiden Eigenschaften nahezu druckunabhängig.

Daher ist es verständlich, daß nicht nur die Pumpen, die man zur Erzeugung von Drücken in den unterschiedlichen Vakuumbereichen braucht, unterschiedlich sind, sondern auch die zur Messung der Drücke verwendbaren Vakuummeter. Eine übersichtliche Zuordnung von Pumpen und Meßgeräten für die einzelnen Druckbereiche ist in Abb. 13.16. und 13.16a im Abschnitt 13 aufgeführt.

1.7.1 Viskose- oder Kontinuumsströmung

Sie kommt fast ausschließlich im Grobvakuum vor. Den Charakter dieser Strömung bestimmen die Wechselwirkungen der Teilchen untereinander, daher spielt die innere Reibung, die Viskosität der strömenden Substanz, eine große Rolle. Treten Wirbel beim Strömungsvorgang auf, so spricht man von **turbulenter Strömung**, findet ein Gleiten verschiedener Schichten des strömenden Mediums gegeneinander statt, so nennt man die Strömung **laminar**.

Eine laminare Strömung in kreiszylindrischen Rohren mit parabolischer Geschwindigkeitsverteilung heißt **Poiseuille'sche Strömung**. Dieser Spezialfall kommt in der Vakuumtechnik besonders häufig vor. Viskose Strömung liegt generell dann vor, wenn die mittlere freie Weglänge der Teilchen sehr viel kleiner als der Durchmesser der Leitung ist: $\lambda << d$.

Eine charakteristische Größe für den Zustand einer viskosen Strömung ist die dimensionslose **Reynoldszahl Re**.

Re ist eine dimensionslose Größe – nämlich das Produkt aus Rohrdurchmesser, Strömungsgeschwindigkeit, Dichte und

Reziprokwert der Zähigkeit (innere Reibung) des strömenden Gases. Für Re > 2200 ist die Strömung turbulent, für Re < 2200 laminar.

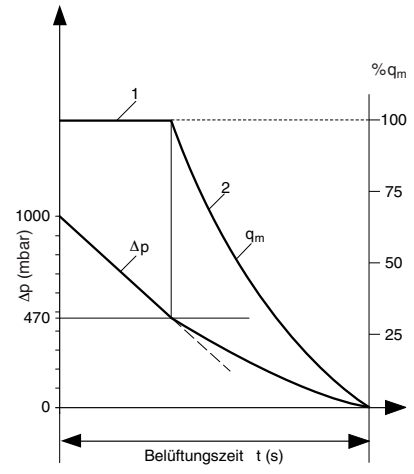
Bei der viskosen Strömung ist das Phänomen der verblockten Strömung zu beachten (auch kurz als **Verblockung** bezeichnet). Es spielt beim Belüften und Evakuieren eines Vakuumbehälters und bei Lecks eine Rolle:

Gas strömt immer dann, wenn eine Druckdifferenz $\Delta p = (p_1 - p_2) > 0$ vorhanden ist. Die Gasstromstärke, d.h. die zeitbezogene, strömende Gasmenge steigt mit zunehmender Druckdifferenz an. Im Falle der viskosen Strömung jedoch nur so lange, bis die ebenfalls ansteigende Strömungsgeschwindigkeit die Schallgeschwindigkeit erreicht hat. Dies ist bei einer bestimmten, als „kritisch" bezeichneten Druckdifferenz der Fall:

$$\Delta p_{krit} = p_1 \left[1 - \left(\frac{p_2}{p_1}\right)_{krit}\right] \qquad (1.22)$$

Ein weiterer Anstieg von $\Delta p > \Delta p_{krit}$ führt zu keinem weiteren Anstieg des Gasstromes; dieser ist verblockt. Die Theorie der Gasdynamik liefert für Luft bei 20 °C den kritischen Wert

$$\left(\frac{p_2}{p_1}\right)_{krit} = 0{,}528 \qquad (1.23)$$



1 – verblockter Gasstrom q_m = konstant (Maximalwert)
2 – nicht verblockter Gasstrom q_m sinkt bis $\Delta p = 0$

Abb. 1.6
Schematische Darstellung des Belüftens eines evakuierten Behälters

Das Diagramm in Abb 1.6 stellt schematisch das Belüften eines evakuierten Behälters durch eine Wandöffnung (Belüftungsventil) mit Umgebungsluft von p = 1000 mbar dar. Für die kritische Druckdifferenz ergibt sich gemäß obiger Angaben $\Delta p_{krit} = 1000 \cdot (1 - 0{,}528)$ mbar ≈ 470 mbar; d.h. für $\Delta p > 470$ mbar verblockte Strömung, für $\Delta p < 470$ mbar Abnahme des Gasstromes.

1.7.2 Molekularströmung

Die Molkularströmung ist im Hoch- und Ultrahochvakuumbereich vorherrschend. In diesen Bereichen können sich die Teilchen ohne gegenseitige Behinderung frei bewegen. Molekularströmung liegt vor, wenn die mittlere freie Wegstrecke eines Teilchens sehr viel größer als der Durchmesser der Leitung ist: $\lambda >> d$.

1.7.3 Knudsenströmung

Der Übergang von viskoser Strömung zur molekularen Strömung ist die Knudsenströmung. Sie herrscht im Feinvakuumgebiet vor: $\lambda \approx d$.

Das Produkt aus dem Druck p und dem Rohrdurchmesser d für ein bestimmtes Gas bei einer bestimmten Temperatur kann als charakteristische Größe für die verschiedenen Strömungsarten dienen. Für Luft bei 20 °C bestehen unter Verwendung der Zahlenwerte aus Tabelle 3 im Abschnitt 13 folgende äquivalente Beziehungen für die in der Vakuumtechnik hauptsächlich auftretenden Stömungsarten.

Grobvakuum – Viskose Strömung

$$\lambda < \frac{d}{100} \quad \Leftrightarrow \quad p \cdot d > 6{,}0 \cdot 10^{-1} \text{ mbar} \cdot \text{cm}$$

Feinvakuum – Knudsen-Strömung

$$\frac{d}{100} < \lambda < \frac{d}{2} \quad \Leftrightarrow$$

$$\Leftrightarrow \quad 6 \cdot 10^{-1} > p \cdot d > 1{,}3 \cdot 10^{-2} \text{ mbar} \cdot \text{cm}$$

Hoch- und Ultahochvakuum-Molekularströmung

$$\lambda > \frac{d}{2} \quad \Leftrightarrow \quad p \cdot d < 1{,}3 \cdot 10^{-2} \text{ mbar} \cdot \text{cm}$$

1.8 Berechnung von Strömungsleitwerten

Das zum Evakuieren eines Behälters oder zum Durchführen eines Prozesses in einer Vakuumanlage erforderliche effektive Saugvermögen stimmt nur dann mit dem katalogmäßig angegebenen Saugvermögen der verwendeten Pumpe (oder des Pumpenaggregates) überein, wenn die Pumpe direkt mit dem Behälter oder der Anlage verbunden ist. Dies ist praktisch nur sehr selten möglich. Fast immer ist die Zwischenschaltung eines Rohrleitungssystems erforderlich, das Ventile, Abscheider, Kühlfallen usw. enthält. Dieses stellt einen Strömungswiderstand dar, der zur Folge hat, daß das effektive Saugvermögen S_{eff} stets kleiner ist als das Saugvermögen S der Pumpe oder der Pumpenkombination. Um also am Behälter ein bestimmtes effektives Saugvermögen zu gewährleisten, muß man das Saugvermögen der Pumpe entsprechend höher wählen. Der Zusammenhang zwischen S und S_{eff} ist durch folgende vakuumtechnische Grundgleichung gegeben:

$$\frac{1}{S_{eff}} = \frac{1}{S} + \frac{1}{L} \qquad (1.24)$$

L ist der gesamte Strömungsleitwert des Rohrsystems, der sich aus den Einzelwerten der verschiedenen in Serie liegenden Bauteile (Ventile, Dampfsperren, Abscheider usw.) zusammensetzt:

$$\frac{1}{L} = \frac{1}{L_1} + \frac{1}{L_2} + \frac{1}{L_3} + \ldots \frac{1}{L_n} \qquad (1.25)$$

Gleichung (1.24) sagt, daß nur im Falle $L = \infty$ (also Strömungswiderstand W = O) $S = S_{eff}$ wird. Zur Berechnung der Leitwerte L für Rohrleitungen stehen dem Vakuumtechniker eine Reihe brauchbarer Gleichungen zur Verfügung; die Leitwerte von Ventilen, Kühlfallen, Abscheidern und Dampfsperren müssen in der Regel durch Versuche bestimmt werden.

Generell ist zu beachten, daß der Leitwert eines vakuumtechnischen Bauteiles keineswegs einen konstanten, druckunabhängigen Wert hat, sondern sehr stark von der Art der Strömung (Strömungskontinuum, Molekularströmung; siehe unten) und damit vom Druck abhängt. Bei der Verwendung von Leitwertzahlen in vakuumtechnischen Berechnungen ist daher stets darauf zu achten, daß in einem bestimmten

Druckgebiet nur die dort gültigen Leitwerte verwendet werden.

1.8.1 Leitwerte von Rohrleitungen und Öffnungen

Leitwerte hängen außer vom Druck und der Art des strömenden Gases auch noch von der Querschnittsform der Leitung (z.B. kreisförmiger Querschnitt, elliptischer Querschnitt), von deren Länge sowie davon ab, ob die Rohrleitung gestreckt ist oder Krümmungen aufweist. Daher kommt es, daß zur Berücksichtigung der praktisch vorkommenden, gebräuchlichen Fälle verschiedene Gleichungen erforderlich sind, von denen jede nur für einen bestimmten Bereich anwendbar ist. Dies ist bei Berechnungen stets zu beachten.

a) **Leitwert für eine gerade**, nicht zu kurze **Rohrleitung der Länge l** mit Kreisquerschnitt vom Durchmesser d für das Druckgebiet der Laminar-, Knudsen- und Molekularströmung, gültig für Luft von 20 °C (Knudsen-Gleichung):

$$L = 135\frac{d^4}{l}\bar{p} + 12{,}1\frac{d^3}{l}\cdot\frac{1+192\cdot d\cdot\bar{p}}{1+237\cdot d\cdot\bar{p}}\ \ell/s \qquad (1.26)$$

mit $\bar{p} = \frac{p_1 + p_2}{2}$

d = Rohr-Innendurchmesser in cm
l = Rohrlänge in cm (l ≥ 10 d !)
p_1 = Druck am Rohranfang (in Strömungsrichtung) in mbar
p_2 = Druck am Rohrende (in Strömungsrichtung) in mbar

Schreibt man (1.26) in der Form

$$L = 12{,}1\cdot\frac{d^3}{l}\cdot f(d\cdot\bar{p}) \qquad (1.26a)$$

mit

$$f(d\cdot\bar{p}) = \frac{1 + 203\cdot d\cdot\bar{p} + 2{,}78\cdot10^3\cdot d^2\cdot\bar{p}^2}{1 + 237\cdot d\cdot\bar{p}} \qquad (1.27)$$

so kann man aus dem Verlauf der Funktion $f(d\cdot\bar{p})$ die beiden wichtigen Grenzfälle ableiten:

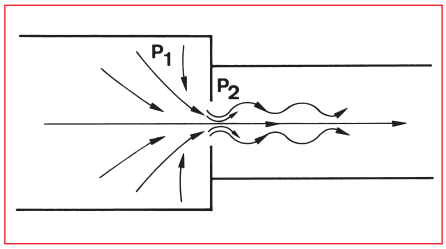


Abb. 1.7
Strömung eines Gases durch eine Öffnung (A) bei hohen Drücken (viskose Strömung)

Grenzfall der laminaren Strömung
($d\cdot\bar{p} > 6\cdot10^{-1}$ mbar · cm):

$$L = 135\cdot\frac{d^4}{l}\cdot\bar{p}\ \ \ell/s \qquad (1.28a)$$

Grenzfall der Molekularströmung
($d\cdot\bar{p} < 10^{-2}$ mbar · cm) :

$$L = 12{,}1\cdot\frac{d^3}{l}\ \ell/s \qquad (1.28b)$$

Im Gebiet der Molekularströmung ist der Leitwert unabhängig vom Druck!

Im Übergangsgebiet $10^{-2} < d\cdot\bar{p} < 6\cdot10^{-1}$ mbar · cm muß die vollständige Knudsen-Gleichung (1.26) verwendet werden. Leitwerte gerader Rohre üblicher Nennweiten sind in den Diagrammen der Abb. 13.5 (Laminarströmung) sowie der Abb. 13.6 (Molekularströmung) in Abschnitt 13 angegeben. Weitere Nomogramme zur Leitwertbestimmung siehe ebenfalls Abschnitt 13 (Abb. 13.8 und 13.9).

b) **Leitwerte L einer Öffnung A** (A in cm²): Für den Fall des Strömungskontinuums (viskose Strömung) gelten für Luft und 20 °C mit $p_2/p_1 = \delta$ (siehe auch Abb. 1.7) nach Prandtl folgende Formeln:

für $\delta \geq 0{,}528$

$$L_{visk} = 76{,}6\cdot\delta^{0{,}712}\cdot\sqrt{1-\delta^{0{,}288}}\cdot\frac{A}{1-\delta}\ \frac{\ell}{s} \qquad (1.29)$$

für $\delta \leq 0{,}528$

$$L_{visk} = 20\cdot\frac{A}{1-\delta}\ \frac{\ell}{s} \qquad (1.29a)$$

und für $\delta \leq 0{,}03$

$$L_{visk} = 20\cdot A\ \frac{\ell}{s} \qquad (1.29b)$$

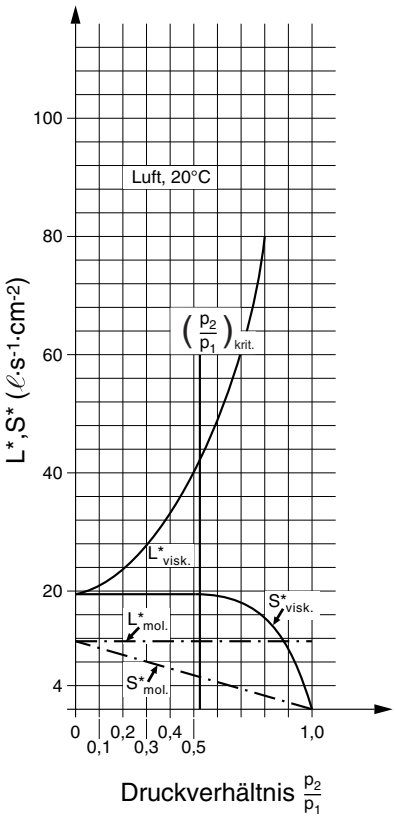


Abb.1.8
Fächenbezogene Leitwerte L^*_{visk} und L^*_{mol} sowie flächenbezogene Saugvermögen S^*_{visk} und L^*_{mol} einer Öffnung A in Abhängigkeit vom Druckverhältnis p_2/p_1 für Luft von 20 °C

$\delta = 0{,}528$ ist für Luft das kritische Druckverhältnis $\left(\frac{p_2}{p_1}\right)_{krit}$

Für $\delta < 0{,}528$ ist die Strömung verblockt, der Gasstrom also konstant. Für den Fall der Molekularströmung (Hochvakuum) gilt – ebenfalls für Luft –

$$L_{mol} = 11{,}6\cdot A\ \ell/s \quad (A \text{ in cm}^2) \qquad (1.30)$$

In Abb. 1.8 sind zusätzlich die auf die Fläche A bezogenen Saugvermögen S^*_{visk} und S^*_{mol} einer Öffnung in Abhängigkeit von $\delta = p_2/p_1$ angegeben. Die angegebenen Gleichungen gelten für Luft bei 20 °C. In die hier nicht angegebenen, allgemeinen Gleichungen geht die molare Masse des strömenden Gases ein. Beim Arbeiten mit anderen Gasen sind die für Luft angegebenen Leitwerte mit den Faktoren der Tabelle 1.3 zu multiplizieren.

Gas (20 °C)	Molekularströmung	Laminarströmung
Luft	1,00	1,00
Sauerstoff	0,947	0,91
Neon	1,013	1,05
Helium	2,64	0,92
Wasserstoff	3,77	2,07
Kohlendioxid	0,808	1,26
Wasserdampf	1,263	1,73

Tabelle 1.3
Umrechnungsfaktoren (siehe Text)

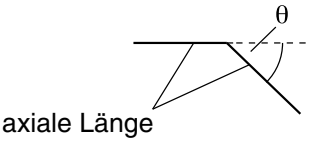
1.8.2 Leitwerte anderer Bauelemente

Wenn die Leitung Kniestücke oder Bögen (z. B. Eckventile) hat, können diese dadurch berücksichtigt werden, daß eine größere effektive Länge l_{eff} der Rohrleitung angenommen wird, die sich folgendermaßen abschätzen läßt:

$$l_{eff} = l_{axial} + 1{,}33 \cdot \frac{\theta}{180°} \cdot d \qquad (1.32)$$

mit

l_{axial} : axiale Länge der Leitung (in cm)
l_{eff} : effektive Länge der Leitung (in cm)
d : Innendurchmesser der Leitung (in cm)
θ : Winkel des Knies (in Winkel °)



Leitwerte von Dampfsperren, Kühlfallen, Adsorptionsfallen und Ventilen sind für den Bereich der Molekularströmung bei den technischen Daten dieser Bauteile im Katalog aufgeführt. Bei höheren Drücken, d. h. also im Bereich der Knudsen- und der laminaren Strömung, haben Ventile etwa den gleichen Leitwert wie Rohrleitungen entsprechender Nennweiten und axialen Längen. Für Eckventile muß bei der Leitwert-Berechnung ein Kniestück berücksichtigt werden.

Bei Staubfiltern, die oft zum Schutze von Gasballast- und Wälzkolbenpumpen verwendet werden, ist katalogmäßig die Drosselung in % bei verschiedenen Drücken aufgeführt. Andere Bauelemente, namentlich die Abscheider und Kondensatoren, sind so konstruiert, daß sie das Saugvermögen nicht nennenswert drosseln.

Als Faustregel zur Dimensionierung von Vakuumleitungen gilt: **Die Leitungen müssen möglichst kurz und weit sein.** Sie müssen wenigstens den gleichen Querschnitt haben wie der Saugstutzen der Pumpe. Ist es wegen besonderer Umstände nicht möglich, die Saugleitung kürzer zu machen, so empfiehlt es sich, wo immer dies aus konstruktiven und wirtschaftlichen Gründen möglich ist, eine kleine Wälzkolbenpumpe in die Saugleitung einzuschalten. Diese wirkt dann wie eine Förderpumpe, die den Leitungswiderstand herabsetzt.

1.8.3 Nomographische Bestimmung von Leitwerten

Die Leitwerte von Rohrleitungen und Öffnungen für Luft und andere Gase lassen sich auf nomographischem Wege ermitteln. Es ist nicht nur die Ermittlung des Leitwertes einer Rohrleitung bei vorgegebenen Werten für Durchmesser, Länge und Druck möglich, sondern auch die Dimensionierung des erforderlichen Rohrdurchmessers einer Leitung, wenn ein Pumpsatz bei vorgegebenem Druck und vorgegebener Länge der Leitung ein bestimmtes effektives Saugvermögen erreichen soll oder die Bestimmung der maximal zulässigen Rohrlänge, wenn die übrigen Parameter bekannt sind. Die erhaltenen Werte gelten natürlich nicht für turbulente Strömungen. In Zweifelsfällen sollte die Reynoldszahl Re (siehe Abschnitt 1.7.1) durch die näherungsweise gültige Beziehung

$$Re = 15 \cdot \frac{q_{pV}}{d} \qquad (1.31)$$

abgeschätzt werden. $q_{pV} = S \cdot p$ ist darin die Durchflußleistung in mbar·ℓ/s, d der Durchmesser der Rohrleitung in cm.

Eine Zusammenstellung von Nomogrammen, die sich in der Praxis bewährt haben, ist in Abschnitt 13 enthalten.

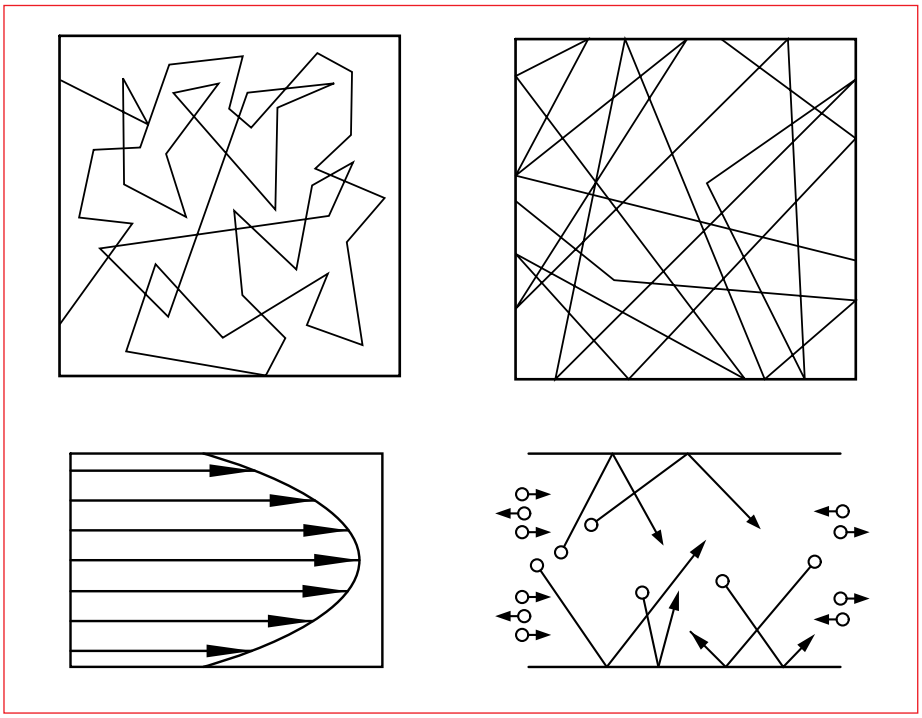


Abb. 1.9
Gegenüberstellung von laminarer und molekularer Strömung

laminar	Strömungsart	molekular
Kontinuums / Kinetische	Gastheorie	Kinetische
Druck + Geometrie	Leitwert hängt ab von	Geometrie allein
Gruppen	Geschwindigkeit	Thermische
Teilchen-Verband	Teilchen als	Einzel- Atome / Moleküle
Phalanx	Analogon	Einzelkämpfer
d >> λ	Mittlere freie Weglänge	λ >> d
nein	Entmischung	ja
nein	Ölrückdiffusion	ja
möglich	Verblockung	unmöglich
Druckabhängig / sehr langsam	Diffusion / Durchmischung	sehr schnell
direkt messende	Vakuummeter	indirekt messende
Verdrängerpumpen	Gastransfervakuumpumpen	Kinetische Pumpen
Elastomer	Flanschdichtungen	Metall (Elastomer)

Tabelle 1.4
Laminare und molekulare Strömung

1.9 Praktische Auswirkungen der unterschiedlichen Strömungsformen

Wenn bei fallendem Druck die größer werdende mittlere freie Weglänge in die Größenordnung der Gefäßdimensionen kommt wechselt die viskose zur molekularen Strömung mit allen Konsequenzen. Den breiten Übergangsbereich bildet die Knudsenströmung. Die Unterschiede von laminarer und molekularer Strömung sind in Abb. 1.9 und der Tabelle 1.4 gegenübergestellt.

Besondere Beachtung verdient die Ölrückdiffusion: Im molekularen Strömungsbereich könnte die Ausbreitung von Gas- oder Öldampfteilchen in beliebige Richtungen erfolgen. Durch eine absichtlich herbeigeführte, beispielsweise durch Gaseinlaß erzwungene, laminare Strömung kann die Ausbreitung entgegen dieser laminaren Strömung verhindert werden. Man spricht dann von einem Sperrgasmechanismus. Das Sperrgasprinzip wird beispielsweise bei Turbo-Molekularpumpen und Rootspumpen angewendet, um den Bereich der Lager vor korrosiven Medien abzuschirmen. Auch bei Vakuummetern und Massenspektometern können empfindliche Membranen oder Kathoden durch Sperrgas abgeschirmt werden (siehe z.B. AGM im Abschnitt 8).
Die Entmischung macht im molekularen Bereich die Anwendung eines Druckwandlers nötig, um mit dem Massenspektrometer Gase, die im Grobvakuumbereich oder Überdruckbereich vorliegen, mit unverfälschter Zusammensetzung untersuchen zu können.
Durch die Verblockung im viskosen Strömungsbereich ergibt die Messung der Leckrate bei Leckagen in Vakuumbehältern von tiefen Drücken kommend bis etwa 470 mbar einen konstanten Wert. Erst nach Lösung der Verblockung nimmt der Gasdurchsatz ab, bis schließlich innen und außen der gleiche Druck herrscht (siehe 1.7.1).

1.10 Kohlenwasserstoff freies Vakuum

Grundsätzlich kann bei allen Pumpen bei denen im Vakuumbereich Treibmittel, Dichtungsmittel oder Schmiermittel enthalten zu entsprechenden Verunreinigungen im Rezipienten kommen. Das gilt sowohl für Treibmittelpumpen als auch für Verdränger-Vakuumpumpen. Bei sehr empfindlichen Prozessen, wie beispielsweise in der Halbleiterindustrie, können diese zu kostenintensiven Störungen beziehungsweise fehlerhaften Chargen führen. Aber auch bei anderen Anwendungen werden zunehmend trocken laufendende (besser trocken verdichtende) Vorvakuumpumpen in Kombination mit Turbo-Molekularpumpen oder Kryopumpen eingesetzt. So werden zum Beispiel immer mehr Leckdetektoren mit solchen trocken laufendenden Vorvakuumpumpen und Turbo-Molekularpumpen ausgerüstet. Maßgebend für die Beurteilung von Verunreinigung durch Treibmittel und / oder Schmiermittel ist

1. der Dampfdruck dieser Stoffe bei Betriebstemperatur der Pumpe
2. die Strömungsverhältnisse von der „Dampfquelle“ zum Rezipienten

Um Verunreinigungen möglichst auszuschließen oder klein zu halten kann man entweder Pumpen einsetzen, die keine solchen Stoffe enthalten oder man kann die Ausbreitung dieser Stoffe in Richtung Rezipient verhindern. Ersteres führt zum Einsatz der „trocken laufenden (Vor-) Vakuumpumpen“. Sie werden auch „Trockenläufer“ oder „spaltgedichtete Pumpen“ genannt. Den Gegensatz dazu bilden die flüssigkeits- bzw. ölgedichteten Pumpen). Mit mehrstufigen, trocken laufenden Vakuumpumpen (trockene Spalte zwischen den Kolben und zwischen Kolben und Zylinder) erreicht man kaum Endtotaldrücke unter etwa 10^{-2} mbar. Werden aber die Spalte mit Öl abgedichtet („überlagert“) so erreicht man Endtotaldrücke von etwa 10^{-3} mbar und Endpartialdrücke von etwa 10^{-4} mbar. Je tiefer der erreichte Druck, d.h. je mehr wir uns dem molekularen Strömungsbereich nähern, desto mehr Moleküle können entsprechend dem Dampfdruck der Dichtflüssigkeit (des Pumpenöls) bei Betriebstemperatur der Pumpe als sogenannte „Ölrückströmung“ gegen die Pumprichtung aus dem Ansaugstutzen bis in den Rezipienten gelangen. Zu den trocken verdichtenden Vorvakuumpumpen gehören Membranpumpen (DIAVAC), Kolbenpumpen (EcoDry L und M), Klauenpumpen (DRYVAC), Scrollpumpen, Schraubenverdrängerpumpen (ScrewLine SP630) und Rootspumpen.
Für die Verhinderung der Ausbreitung von dampfförmigen Verunreinigungen gibt es je nach Druckbereich unterschiedliche Maßnahmen: Erstens den Einsatz von Kaltflächen zum kondensieren / abpumpen dieser Dämpfe. Hierzu gehören Kondensatoren, Baffle bei Diffusionpumpen, Meissner-Fallen oder andere Kaltflächen (= Kryopumpen). Zweitens können wir, allerdings nur im viskosen Stömungsbereich, durch Sperrgaseinlaß eine laminare, zur Pumpe gerichtete Strömung erzeugen. Dadurch wird das Vordringen solcher

Dämpfe und anderer Schwebeteilchen (beispielsweise Abrieb aus der Pumpe) zum Rezipienten und damit die Verunreinigung des Rezipienten verhindert.
Bei Verwendung ölgedichteter Vorvakuumpumpen kommt man schon durch geringfügigen Gaseinlaß in den Ansaugstutzen bis zu einem Ansaugdruck von etwa $p = 10^{-2}$ mbar fast ganz in den viskosen Strömungsbereich, in dem Ölrückströmung nicht mehr möglich ist. Als Beispiel dafür zeigt Abb. 1.10 Massenspektren, die am Ansaugstutzen einer Drehschieberpumpe TRIVAC D 40 B aufgenommen wurden. Das bei Enddruck aufgenommene Massenspektrum zeigt infolge der Ölrückstömung deutlich die Kohlenwasserstoffgruppen zwischen den Massenzahlen 50 und 100 (unterstes Spektrum). Hier sind wir schon fast im Bereich der Molekularströmung, zumindest aber im unteren Druckbereich der Knudsenströmung. Schon durch geringen Gaseinlaß auf einen Druck von etwa $4 \cdot 10^{-3}$ mbar werden diese Peaks deutlich kleiner (mittleres Spektrum) und verschwinden praktisch ganz bei durch Gaseinlaß auf einen Druck von $1 \cdot 10^{-2}$ mbar, wo wir uns schon im Übergang zur viskosen Strömung befinden (oberstes Spektrum)! Dieser Versuch macht auch deutlich, daß ein Vergleich verschiedener Pumpen hinsichtlich der Ölrückströmung nur bei gleichem Ansaugdruck aussagekräftig ist. Um aber das Risiko der Verunreinigung durch Kohlenwasserstoffe aus dem Pumpenöl grundsätzlich zu vermeiden, werden trotz dieser einfachen Möglichkeit in vielen Anwendungen in zunehmendem Maße trocken laufende Vorvakuumpumpen eingesetzt.
Bei der Beurteilung von mechanischen Vakuumpumpen bezüglich der Reinheit des erzeugten Vakuums und ihrer Eisatzmöglichkeit bei bestimmten Prozessen müssen neben dem wichtigen Punkt der Ölrückströmung auch bei ölfreien Vorvakuumpumpen noch andere physikalische Eigenschaften der Pumpe beachtet werden. Besonders wichtig sind:

- Partikelverträglichkeit (Staub etc.)
- Durchströmung von Prozeßschwebeteilchen (keine Ablagerungen in der Pumpe)
- Temperatur der Pumpe (keine Kondensation in der Pumpe)
- Rückströmung von mechanischem Abrieb aus der Pumpe

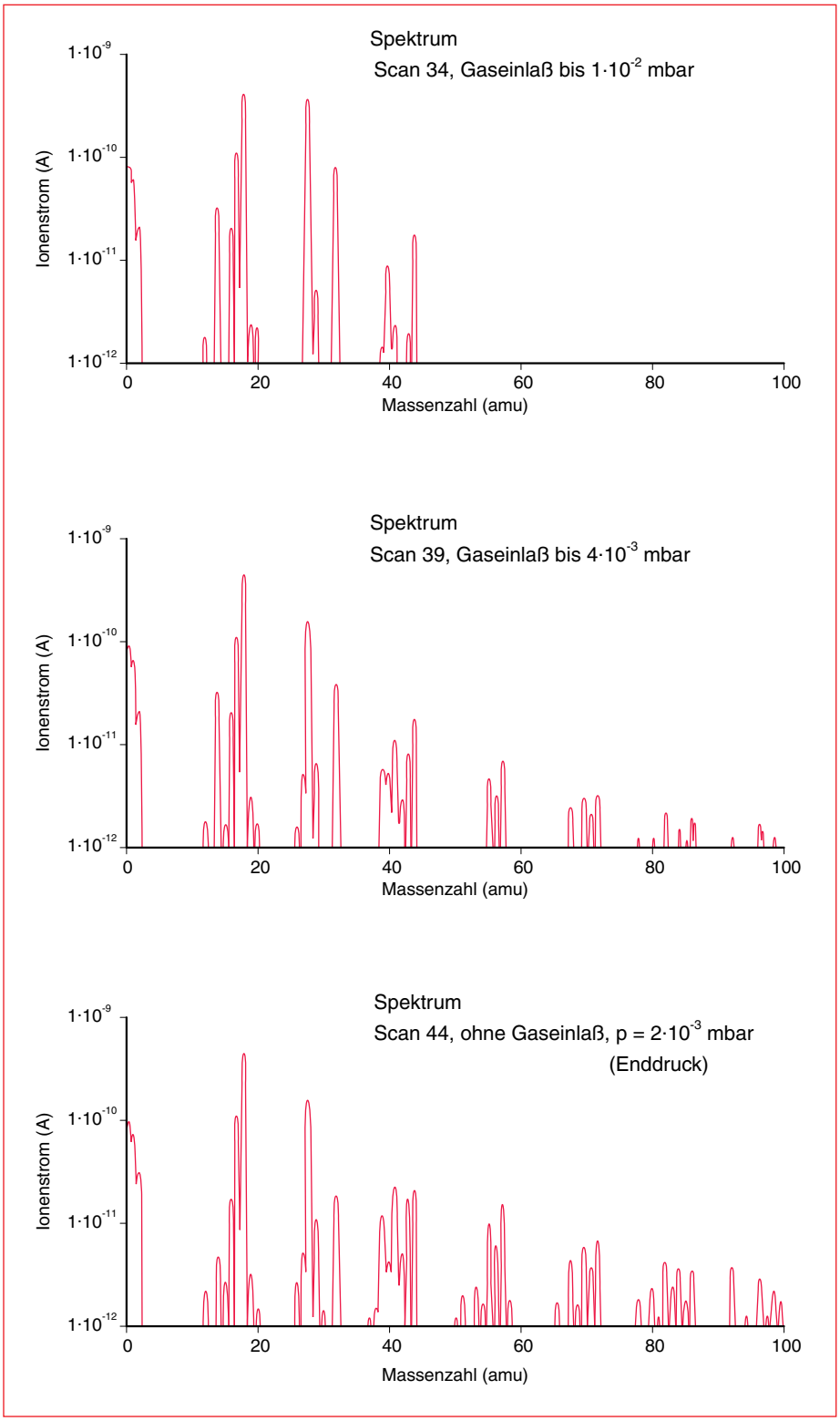


Abb. 1.10
zeigt an Hand von Massenspektren den Rückgang der Ölrückdiffusion an einer Drehschieberpumpe D 40 B durch Einlaß von Luft am Saugstutzen von Enddruck $p = 2 \cdot 10^{-3}$ auf $p = 4 \cdot 10^{-3}$ und $p = 1 \cdot 10^{-2}$ mbar

1.11 Übersicht über die verschiedenen Arten von Vakuumpumpen

Um in einem bestimmten gaserfüllten Volumen die Gasdichte und damit (siehe Gleichung 1.5) den Gasdruck zu verringern, müssen Gasteilchen aus dem Volumen entfernt werden: hierzu dienen Vakuumpumpen. Grundsätzlich unterscheidet man zwei Gruppen von Vakuumpumpen:

a) solche, die über eine oder mehrere Kompressionsstufen die Gasteilchen aus dem auszupumpenden Volumen entfernen und in die atmosphärische Luft befördern (Gastransferpumpen oder Kompressionspumpen). Die Förderung der Gasteilchen erfolgt durch Verdrängen oder Impulsübertragung;

b) Vakuumpumpen, welche die zu entfernenden Gasteilchen an einer festen Wand, die oft einen Teil der Begrenzung des auszupumpenden Volumens ausmacht oder im Inneren eines Festkörpers, kondensieren oder auf andere Weise (z. B. chemisch) binden (Gas bindende Pumpen).

Eine dem heutigen Stand der Technik und den praktischen Anwendungen gemäße Einteilung unterscheidet folgende Pumpentypen, von denen die ersten drei Gruppen zu den Kompressionspumpen zählen, die restlichen zwei Gruppen zu den Kondensations- und Getterpumpen:

1. Pumpen, die durch periodisch sich vergrößernde und verkleinernde Schöpfräume arbeiten (Drehschieberpumpen und Sperrschieberpumpen, Hubkolbenpumen, Membranpumpen, Scrollpumpen und früher auch Trochoidenpumpen);
2. Pumpen, die bei gleichbleibendem Schöpfraum Gasmengen von der Niederdruck- auf die Hochdruckseite transportieren (Wälzkolbenpumpen, Schraubenpumpen und Turbo-Molekularpumpen);
3. Pumpen, deren Pumpwirkung im wesentlichen durch Diffusion von Gasen in einen gasfreien Dampfstrahl hoher Geschwindigkeit zustande kommt (Treibmittelpumpen);
4. Pumpen, die Dämpfe durch Kondensieren abpumpen (Kondensatoren), ferner Pumpen, die sogenannte Permanentgase durch Kondensation bei sehr tiefen Temperaturen abpumpen (Kryopumpen);
5. Pumpen, die durch Adsorption oder Absorption Gase an weitgehend gasfreien Oberflächen binden oder in ihnen einlagern (Sorptionspumpen).

Eine Übersicht über diese Gruppen gibt das Schema „Stammbaum der Vakuumpumpen“ in der Abb. 1.11.

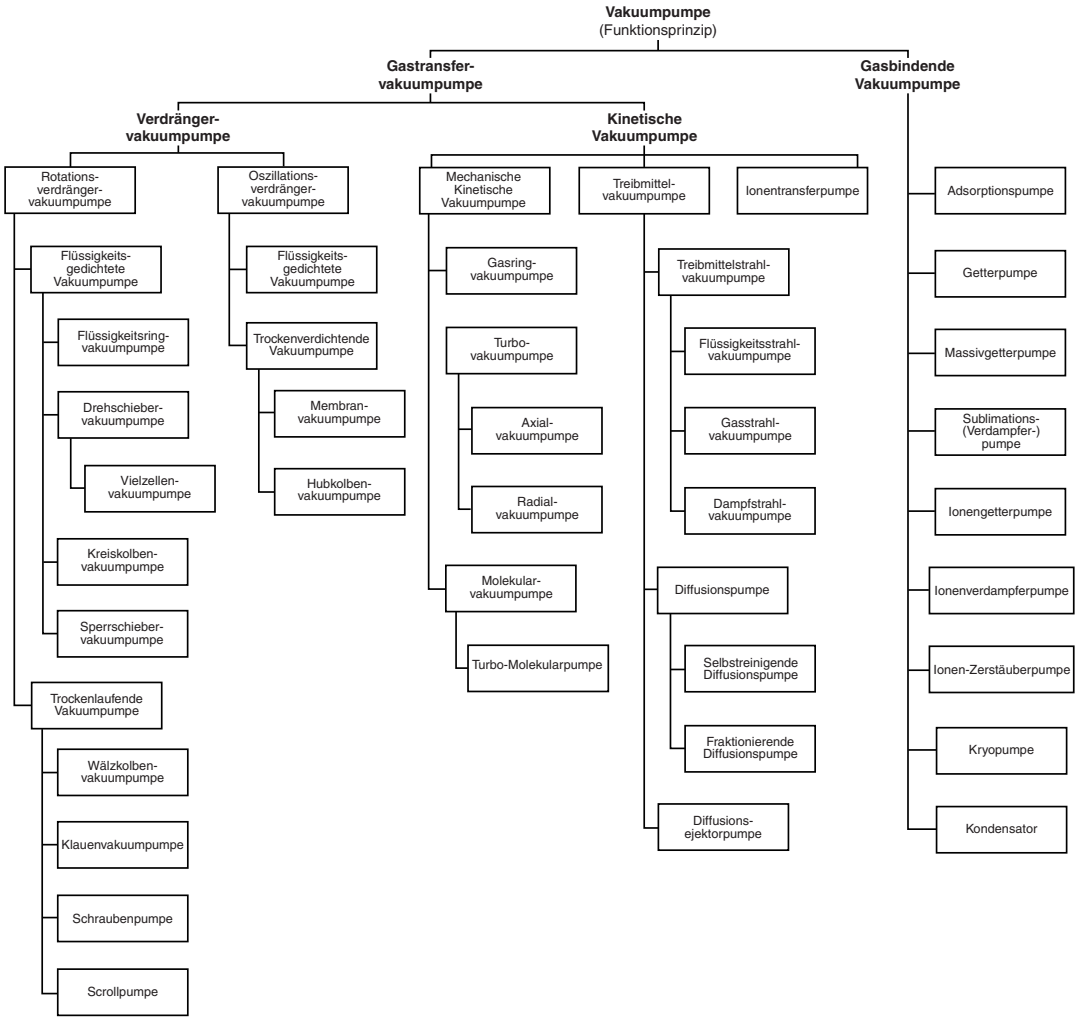


Abb.1.11
Stammbaum der Vakuumpumpen

2 Mechanische Vakuumpumpen

2.1. Flüssigkeitsgedichtete Rotations-Verdrängerpumpen

2.1.1 Flüssigkeitsring-vakuumpumpen

Aufgrund des Pumpprinzips und des einfachen Aufbaus eignen sich Flüssigkeitsring-Vakuumpumpen besonders zum Fördern von Gasen und Dämpfen, die auch geringe Mengen von Flüssigkeiten enthalten können. Wasserdampf-gesättigte Luft oder andere Gase mit kondensierbaren Dampfanteilen können ohne weiteres gefördert werden. Konstruktionsbedingt sind Flüssigkeitsringpumpen unempfindlich gegen Verunreinigungen des Förderstromes. Die erreichbaren Ansaugdrücke liegen zwischen Atmosphärendruck und Dampfdruck der verwendeten Betriebsflüssigkeit. Für Wasser von 15 °C ist ein Betriebsdruck von etwa 33 mbar erreichbar. Eine typische Anwendung von Wasserringvakuumpumpen ist die Turbinenentlüftung von Dampfturbinen in Kraftwerken. Flüssigkeitsringvakuumpumpen (Abb. 2.1) sind Rotations-Verdrängerpumpen, die zur Förderung des abzusaugenden Gases eine Betriebsflüssigkeit für den während des Betriebes rotierenden Flüssigkeitsring benötigen. Das in ein zylindrisches Gehäuse eingebaute (Schaufel)-Laufrad ist exzentrisch im Gehäuse angeordnet. Im abgeschalteten Zustand ist die Pumpe etwa zur Hälfte mit Betriebsflüssigkeit gefüllt. Axial sind die durch die Schaufeln gebildeten Zellen des Laufrades durch „Steuerscheiben“ begrenzt und abgedichtet. Diese Steuerscheiben sind mit Saug- und Druckschlitzen versehen, die zu den entsprechenden Pumpstutzen führen. Nach dem Einschalten rotiert das exzentrisch im Gehäuse angeordnete Laufrad; dabei bildet sich ein mitlaufender, konzentrisch zum Pumpengehäuse rotierender Flüssigkeitsring, der an der engsten Stelle zwischen Laufradachse und Gehäusewand die Laufradkammern voll ausfüllt und sich mit fortschreitender Drehung wieder aus den Kammern zurückzieht. Durch die Leerung der Kammern wird das Gas angesaugt, durch die anschließende Füllung erfolgt die Verdichtung. Die jeweiligen Grenzen des Ansaug- bzw. Ausschubvorganges werden durch die Geometrie der Öffnungen in den Steuerscheiben bestimmt.

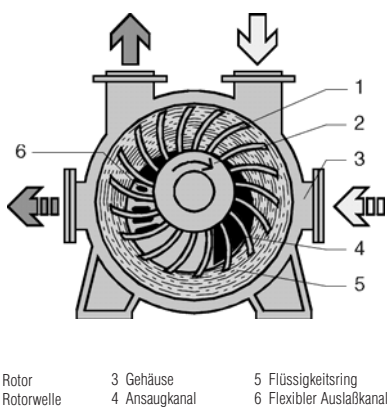


Abb. 2.1
Flüssigkeitsringvakuumpumpe, schematisch (Siemens)

Zusätzlich zur Verdichtungsarbeit übernimmt die Betriebsflüssigkeit noch drei weitere wichtige Aufgaben: 1. Abführen der Verdichtungswärme, 2. Aufnahme von Flüssigkeiten und Dämpfen (Kondensat) und 3. die Abdichtung zwischen Laufrad und Gehäuse.

2.1.2 Ölgedichtete Rotationsverdränger-Vakuumpumpen

Unter einer Rotationsverdränger-Vakuumpumpe versteht man allgemein eine Vakuumpumpe, die das zu fördernde Gas mit Hilfe von Kolben, Rotoren, Schiebern, Ventilen u. a. ansaugt, eventuell verdichtet und dann ausstößt. Der Pumpvorgang kommt durch eine Drehbewegung des Kolbens im Innern der Pumpe zustande. Man unterscheidet ölüberlagerte und trockenlaufende Verdrängerpumpen. Durch Ölüberlagerung der bewegten Teile lassen sich in einer Stufe hohe Kompressionsverhältnisse bis etwa 10^5 erzielen. Bei fehlender Ölüberlagerung ist die „innere Undichtheit“ erheblich größer und die erreichbare Kompression entsprechend geringer, etwa 10.

Wie der Pumpenstammbaum in Abb. 1.11 zeigt, gehören zu den ölgedichteten Verdrängerpumpen unter anderem Drehschieber- und Sperrschieberpumpen in ein- und zweistufigen Ausführungen sowie einstufige Trochoidenpumpen (Kreiskolbenpumpen), die heute allerdings nur noch historische Bedeutung haben. Diese Pumpen sind alle mit einer Gasballasteinrichtung ausgerüstet, die erstmals von Gaede (1935) angegeben wurde (nähere Beschreibung siehe 2.1.2.4). Die Gasballasteinrichtung ermöglicht innerhalb angegebener technischer Grenzen das Abpumpen von Dämpfen (insbesondere von Wasserdampf), ohne daß sie beim Kompressionsvorgang in der Pumpe kondensieren.

2.1.2.1 Drehschieberpumpen (TRIVAC, SOGEVAC)

Drehschieberpumpen (siehe Abb. 2.2 und 2.3) bestehen aus einem zylindrischen Gehäuse (Pumpenring) (1), in dem sich ein exzentrisch gelagerter, geschlitzter Rotor (2) in Richtung des Pfeiles dreht. Der Rotor enthält meist durch Fliehkraft, aber auch durch Federn auseinander gedrückte Schieber (16), die an der Gehäusewand entlang gleiten und dabei die an der Saugöffnung (4) eingedrungene Luft vor sich herschieben, um sie schließlich durch das ölüberlagerte Auspuffventil (12) aus der Pumpe auszustoßen.
Die historisch ältere TRIVAC A-Pumpenreihe (Abb. 2.2) von LEYBOLD hat drei radiale, um 120° versetzt angeordnete Schieber (daher der Name „TRIVAC“). Die heute gebaute TRIVAC B-Pumpenreihe (Abb. 2.3) hat nur zwei um 180° versetzte Schieber. In beiden Fällen werden die Schieber ohne Federn, nur durch Fliehkraft nach außen gedrückt, was bei niedrigen Umgebungstemperaturen eventuell dünnflüssigeres Öl erfordert. Die A-Reihe hat eine Differenzdruckschmierung, die B-Reihe eine Druckumlaufschmierung mit Zahnradölpumpe. Die TRIVAC B-Reihe zeichnet sich zusätzlich durch ein besonders zuverlässiges Saugstutzenventil, durch Ansaug- und Auspuffstutzen mit horizontalem oder vertikalem Abgang und eine bedienerfreundlicher Anordnung von Ölschauglas und Gasballastventilbetätigung an der gleichen Seite des Ölkastens aus. Mit dem TRIVAC BCS-System hat sie zusätzlich eine sehr umfangreiche Zubehörpalette die vor allem für anspruchsvolle Applikationen konzipiert wurde. Der Ölvorrat der Drehschieberpumpe, aber auch der anderen ölüberlagerten Verdrängerpumpen dient der Schmierung und Abdichtung, aber auch zum Ausfüllen schädlicher Räume und Spalte sowie zum Abführen der Kompressionswärme, also zur Kühlung. Das Öl dichtet zwischen Rotor (auch Anker genannt) und Pumpenring.

Mechanische Vakuumpumpen

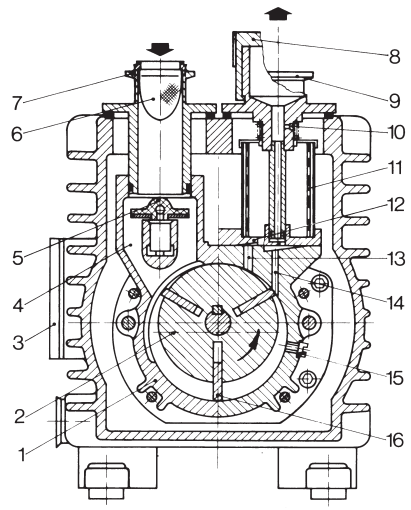


Abb. 2.2
Schnitt durch eine Drehschieberpumpe (TRIVAC A)

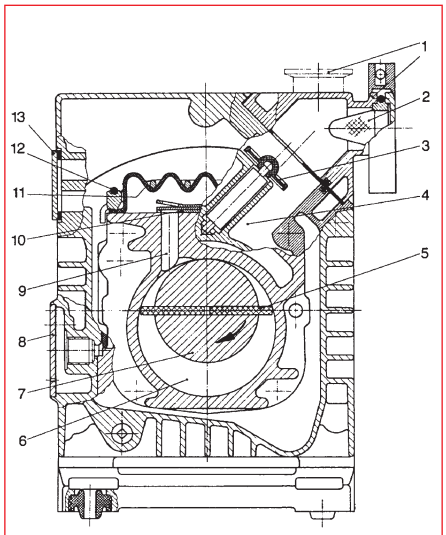


Abb. 2.3
Schnitt durch eine Drehschieberpumpe (TRIVAC B)

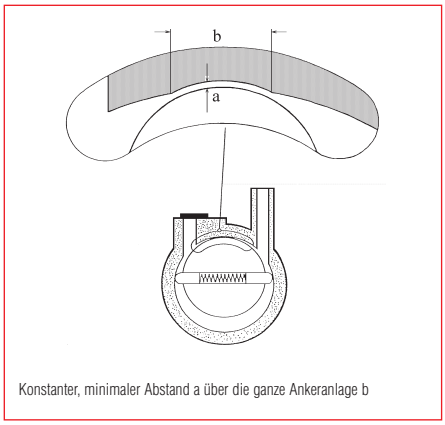


Abb. 2.4
Ankeranlage bei Drehschieberpumpen.

Diese beiden Teile „berühren sich fast“ längs einer Geraden (Zylindermantellinie). Um die ölgedichtete Fläche zu vergrößern, wird bei manchen Pumpen eine sogenannte Ankeranlage in den Pumpenring eingearbeitet (siehe Abb. 2.4). Dadurch wird eine bessere Abdichtung und damit eine höhere Kompression bzw. ein niedrigerer Enddruck erreicht. Von LEYBOLD werden verschiedene Drehschieberpumpenreihen gefertigt, die unterschiedlichen Anwendungsfällen besonders angepaßt sind, wie z.B. hoher Ansaugdruck, tiefer Enddruck. Eine Zusammenstellung der hervorstechendsten Eigenschaften dieser Pumpenreihen ist in der Tabelle 2.1 gegeben. Die TRIVAC-Drehschieberpumpen werden als zweistufige TRIVAC D-Pumpen gefertigt (siehe schematische Darstellung in Abb. 2.5).

Mit zweistufigen ölüberlagerten Pumpen lassen sich niedrigere Arbeits- und Enddrücke erzielen als mit entsprechenden einstufigen Pumpen. Der Grund liegt darin, daß bei einstufigen Pumpen das Öl zwangsläufig mit der äußeren Atmosphäre in Berührung kommt, von dort Gas aufnimmt, das während des Ölumlaufs, wenn auch nur teilweise, vakuumseitig entweicht und somit den erreichbaren Enddruck begrenzt. In den von LEYBOLD gefertigten zweistufigen ölüberlagerten Verdrängerpumpen wird der vakuumseitigen Stufe (Stufe 1 in Abb. 2.5) bereits vorentgastes Öl zugeführt: Der Enddruck liegt nun nahezu im Hochvakuum, die niedrigsten Arbeitsdrücke liegen an der Grenze Feinvakuum / Hochvakuum. Anmerkung: Die sogenannte Hochvakuumstufe (Stufe 1) mit nur ganz wenig Öl oder überhaupt ölfrei laufen zu lassen, kann in der Praxis trotz des sehr niedrigen Enddruckes zu erheblichen Schwierigkeiten führen und beeinträchtigt die Pumpen erheblich. Abb. 2.6 zeigt einen Schnitt durch eine zweistufige Drehschieberpumpe TRIVAC D 8 B, Abb. 2.7 die Darstellung einer einstufigen SOGEVAC SV 300 mit drei tangential angeordneten Schiebern.

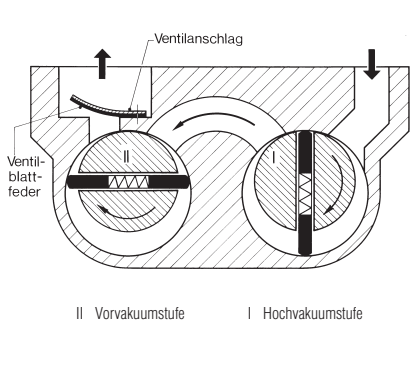


Abb. 2.5
Schnitt durch eine zweistufige Drehschieberpumpe, schematisch

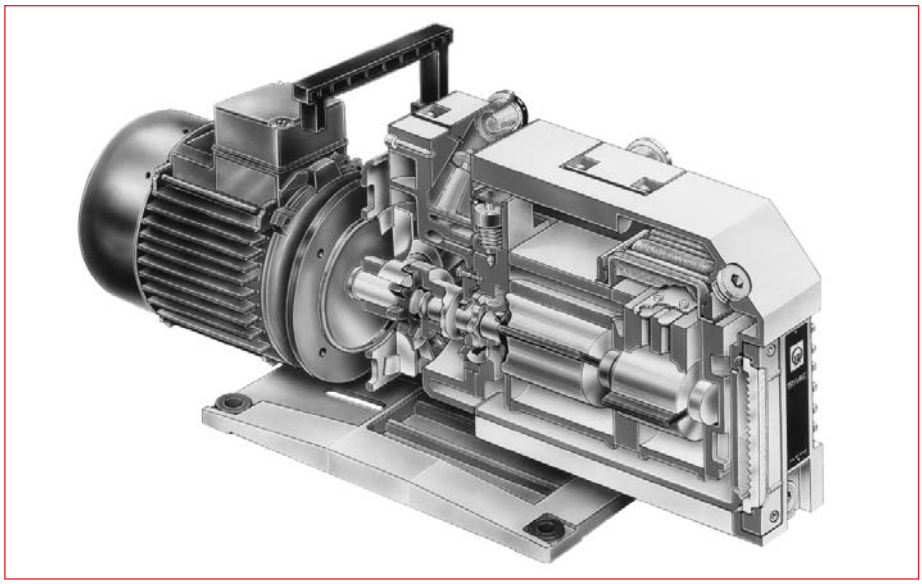


Abb. 2.6
Schnitt durch eine zweistufige Drehschieberpumpe (TRIVAC D 8 B)

	TRIVAC A	TRIVAC B	TRIVAC BCS	TRIVAC E	SOGEVAC
Schieber je Stufe	3	2	2	2	3 (tangential)
Saugvermögen (m^3/h)	1 – 1,5 2 – 4 8 – 16 30 – 60	1,6 4 – 8 16 – 25 40 – 65	16 – 25 40 – 65	2,5	16 – 25 40 – 100 180 – 280 585 – 1200
Ankeranlage	ja	ja	ja	ja	nein
Enddruck, einstufig (mbar)	$< 2 \cdot 10^{-2}$	$< 2 \cdot 10^{-2}$	$< 2 \cdot 10^{-2}$	–	$< 5 \cdot 10^{-1}$
Enddruck, zweistufig (mbar)	$< 2{,}5 \cdot 10^{-4}$	$< 1 \cdot 10^{-4}$	$< 1 \cdot 10^{-4}$	$< 1 \cdot 10^{-4}$	–
Ölversorgung	Druckdifferenz	Zahnradpumpe	Zahnradpumpe	Exzenterpumpe	Druckdifferenz
Spalte	bei allen Typen vergleichbar: etwa 0,01 bis 0,05 mm				
Lager / Schmierung	Gleitring / Öl	Gleitring / Öl	Gleitring / Öl	Kugel / Fett	Kugel / Öl
besondere Eigenschaften		hydropneumat. Saugstutzenventil	medienberührende Teile beschichtet	zahlreiches Zubehör	preiswert
Medien	kein Ammoniak	sauber bis leichte Partikel	aggressiv und korrossiv	sauber bis leichte Partikel	sauber
Haupteinsatz-Gebiete	Saubere Anwendungen, Beschichtungs-technik	Saubere Anwendungen, Beschichtungs-technik	Allzweck-Einsatz	Saubere Anwendungen, Beschichtungs-technik	Verpackungs-industrie

Tabelle 2.1
Drehschieber-Pumpenreihen

2.1.2.2 Sperrschieberpumpen

Abb. 2.8 zeigt den Schnitt durch eine Sperrschieberpumpe in Einblockbauart. Bei ihr gleitet ein Kolben (2), der von einem sich in Pfeilrichtung drehenden Exzenter (3) mitgenommen wird, längs der Gehäusewand. Das abzusaugende Gas strömt durch den Ansaugstutzen (11) in die Pumpe und gelangt durch den Saugkanal des Sperrschiebers (12) in den Schöpfraum (14). Der Schieber bildet mit dem Kolben eine Einheit und gleitet zwischen den im Gehäuse drehbaren Lamellen (Sperrschieberlager 13) hin und her. Das abgesaugte Gas befindet sich

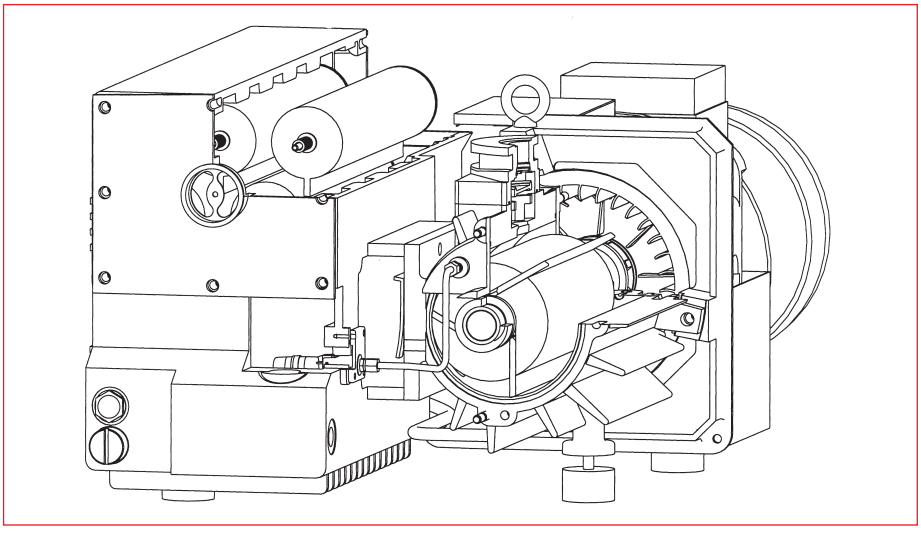
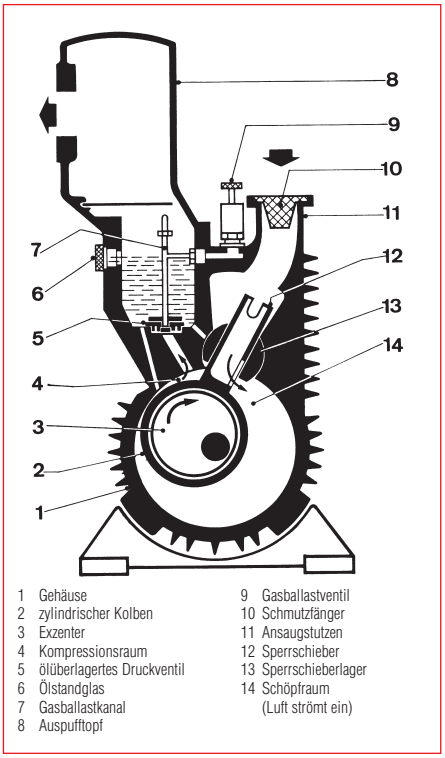


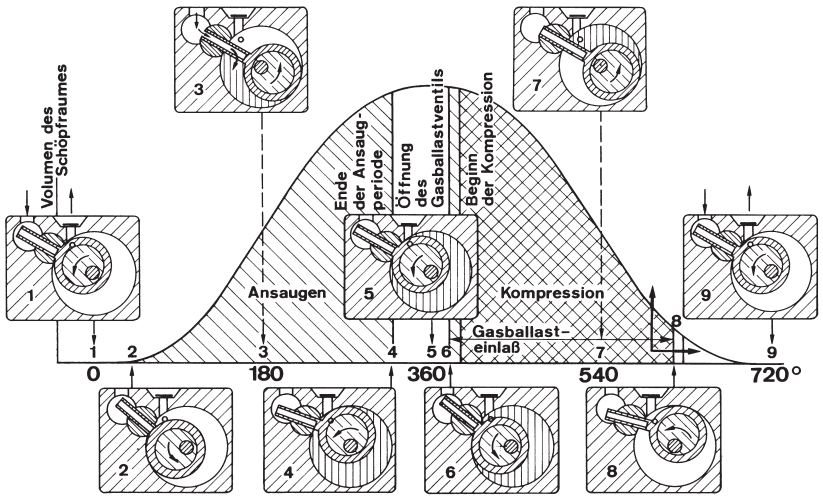
Abb. 2.7
SOGEVAC Pumpe SV 300 mit drei tangentialen Schiebern



1 Gehäuse
2 zylindrischer Kolben
3 Exzenter
4 Kompressionsraum
5 ölüberlagertes Druckventil
6 Ölstandglas
7 Gasballastkanal
8 Auspufftopf
9 Gasballastventil
10 Schmutzfänger
11 Ansaugstutzen
12 Sperrschieber
13 Sperrschieberlager
14 Schöpfraum (Luft strömt ein)

Abb. 2.8
Schnitt durch eine einstufige Sperrschieberpumpe (Einblockbauart)

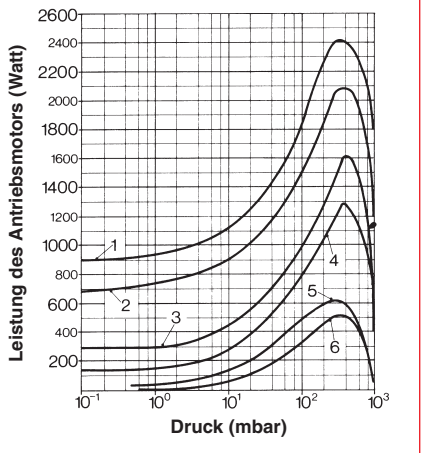
Mechanische Vakuumpumpen



1 Oberer Totpunkt
2 Der Schlitz am Saugkanal des Schiebers wird freigegeben, Beginn der Ansaugperiode
3 Unterer Totpunkt, Der Schlitz am Saugkanal ist ganz frei. Das abzusaugende Gas tritt frei in den Schöpfraum (schraffiert gezeichnet)
4 Der Schlitz am Saugkanal wird durch die Lamellen wieder verschlossen. Ende der Ansaugperiode
5 Oberer Totpunkt, maximaler Rauminhalt des Schöpfraumes
6 Kurz vor Beginn der Kompressionsperiode gibt die Stirnfläche des Pumpenkolbens die Gasballastöffnung frei
7 Gasballastöffnung ist ganz frei
8 Ende des Gasballasteinlasses
9 Ende der Pumpperiode

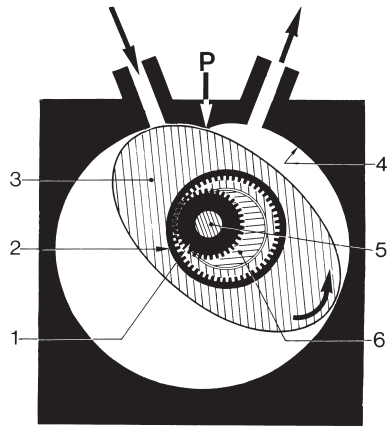
Abb. 2.9
Arbeitszyklus einer Sperrschieberpumpe (Kolbenstellungen 1 – 9)

schließlich im Kompressionsraum (4). Bei der Drehung komprimiert der Kolben diese Gasmenge, bis sie durch das ölüberlagerte Ventil (5) ausgestoßen wird. Der Ölvorrat dient, wie bei den Drehschieberpumpen, zur Schmierung, Abdichtung, Schadraumfüllung und Kühlung. Da der Schöpfraum durch den Kolben in zwei Räume unterteilt ist, wird bei jeder Umdrehung ein Arbeitstakt beendet (Arbeitszyklus siehe Abb. 2.9). Heute werden bei Leybold ein- und zweistufige Sperrschieberpumpen gefertigt. Bei zahlreichen Vakuumprozessen kann die Kombination einer Wälzkolbenpumpe mit einer einstufigen Sperrschieberpumpe vorteilhafter sein als eine zweistufige Sperrschieberpumpe. Reicht für den Prozeß eine derartige Kombination oder eine zweistufige Sperrschieberpumpe nicht aus, so empfiehlt sich die Verwendung einer Wälzkolbenpumpe in Verbindung mit einer zweistufigen Pumpe. Sperrschieberpumpen von Leybold sind vielfach noch unter den Typenbezeichnungen E-Pumpen (einstufig) und DK-Pumpen (zweistufig) bekannt.



1 Betriebstemperatur Kurve 1: 32 °C
2 Betriebstemperatur Kurve 2: 40 °C
3 Betriebstemperatur Kurve 3: 60 °C
4 Betriebstemperatur Kurve 4: 90 °C
5 Theoretische Kurve für adiabatische Kompression
6 Theoretische Kurve für isotherme Kompression

Abb. 2.10
Abhängigkeit der Antriebsleistung des Motors einer Sperrschieberpumpe (Saugvermögen 60 m³/h) von Ansaugdruck und der Betriebstemperatur. Kurven von Gasballastpumpen anderer Größen verlaufen entsprechend.



1 mit Antriebswelle verbundenes Zahnrad
2 am Kolben befestigtes Zahnrad
3 Elliptischer Kolben
4 Gehäuse-Innenwand
5 Antriebswelle
6 Exzenter

Abb. 2.11
Schnitt durch eine Trochoidenpumpe

Motorleistung

Die zu den Dreh- und Sperrschieberpumpen gelieferten Motoren reichen bei Umgebungstemperaturen von 12 °C und Verwendung unserer Spezialöle für das Maximum der Antriebsleistung (bei etwa 400 mbar) aus. Im eigentlichen Arbeitsgebiet der Pumpen erfordert der Antrieb der warmgelaufenen Pumpen nur etwa ein Drittel der installierten Motorleistung (s. Abb. 2.10).

2.1.2.3 Trochoidenpumpen

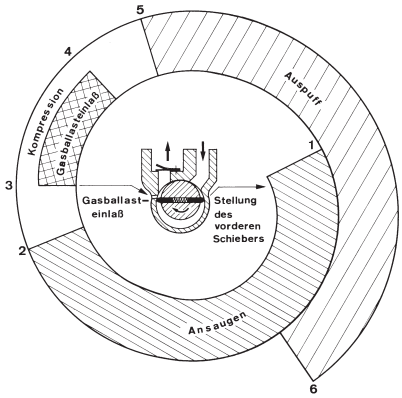
Die Trochoidenpumpen gehören zu den sogenannten Kreiskolbenpumpen, die (siehe Übersicht in Abb. 1.11) wiederum zu den Rotationspumpen zu zählen sind. Bei Kreiskolbenmaschinen läuft der Schwerpunkt des Kolbens auf einer Kreisbahn um die Drehachse (daher der Name Kreiskolbenmaschinen). Eine Kreiskolbenpumpe ist daher, im Gegensatz z. B. zur Sperrschieberpumpe dynamisch völlig auswuchtbar. Dies hat den Vorteil, daß auch größere Pumpen erschütterungsfrei laufen und ohne Fundament aufgestellt werden können. Außerdem kann man derartige Pumpen schneller laufen lassen als Sperrschieberpumpen. Das Schöpfvolumen, bezogen auf das Bauvolumen – das sogenannte spezifische Bauvolumen – ist bei der Trochoidenpumpe etwa doppelt so groß wie das spezifische Bauvolumen einer Sperrschieberpumpe. Größere Sperrschieberpumpen laufen mit einer Drehzahl von n = 500 min^{-1}. Die Trochoidenpumpe kann auch bei größeren Einheiten mit n = 1000 min^{-1} laufen. Sie ist damit etwa viermal kleiner als eine Sperrschieberpumpe gleichen Saugvermögens und läuft völlig erschütterungsfrei. Leider stehen den physikalisch-technischen Vorteilen große fertigungstechnische Nachteile gegenüber, so daß Trochoidenpumpen heute von LEYBOLD nicht mehr gebaut werden. Ein Funktionsschema zeigt das Schnittbild in der Abb. 2.11.

2.1.2.4 Der Gasballast

Die bei den Dreh- und Sperrschieberpumpen sowie Trochoidenpumpen verwendete Gasballasteinrichtung erlaubt es, nicht nur Permanentgase, sondern auch größere Mengen kondensierbarer Dämpfe abzupumpen. Wenn Dämpfe angesaugt werden, können diese nur bis zu ihrem Sättigungsdampfdruck bei der Temperatur der Pumpe komprimiert werden (bei weiterer Kompression würden sie in der Pumpe kondensieren). **Die 1935 von Wolfgang Gaede entwickelte Gasballasteinrichtung** verhindert eine mögliche Kondensation des Dampfes in der Pumpe durch folgende sinnvolle Maßnahme: Bevor der eigentliche Kompressionsvorgang beginnt, wird in den Schöpfraum eine genau dosierte Luftmenge (kurz Gasballast genannt) eingelassen, nämlich gerade so viel, daß das Kompressionsverhältnis in der Pumpe auf max. 10:1 erniedrigt wird. Nun können die abgesaugten Dämpfe, bevor ihr Kondensationspunkt erreicht wird, zusammen mit dem Gasballast komprimiert und aus der Pumpe ausgestoßen werden. (Siehe Abb. 2.12 und 2.13) Der Partialdruck der angesaugten Dämpfe darf allerdings einen gewissen Wert nicht überschreiten; er muß so niedrig sein, daß bei einer Kompression um den Faktor 10 die Dämpfe bei der Arbeitstemperatur der Pumpe noch nicht kondensieren können. Im Falle des Abpumpens von Wasserdampf wird dieser kritische Wert als „Wasserdampfverträglichkeit“ bezeichnet.

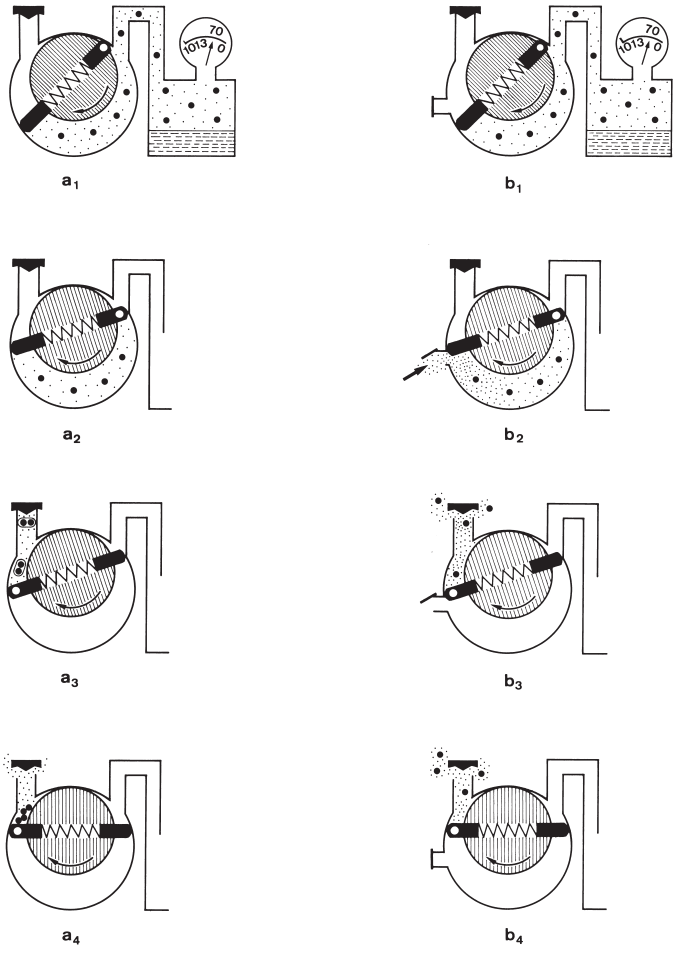
Wenn B das in den Schöpfraum der Pumpe pro Zeiteinheit eingelassene Luftvolumen, bezogen auf 1013 mbar (Gasballast) und S das (Nenn-)Saugvermögen der Pumpe ist und B / S = 0,1 so bildet sich bei einem Ansaugdruck von beispielsweise 10 mbar (Ansaugstutzen) durch den Gasballasteinlaß im Schöpfraum ein Mischdruck $(0{,}1 \cdot 1013 + 0{,}9 \cdot 10) = 101{,}3 + 9 \approx 110$ mbar folglich wird also die Kompression für Erreichen von atmosphärischem Druck $k \approx 10$ sein.

Beispiel 1: Mit einer Drehschieberpumpe werden zusammen mit 10 Teilen Permanentgasen 4 Teile Wasserdampf (etwa 28%) abgepumpt. Der Ansaugdruck sei 1,4 mbar, also der Anteil der Permanentgasen P_L = 1 mbar und der Wasserdampfanteil p_D = 0,4 mbar. Für das Ausschieben des Gemisches gelte der Verdichtungsdruck P_V = 1,35 bar ($\Delta p_{Auspuff}$ = 1 bar; $\Delta p_{Ventil} + \Delta p_{Auspuffilter}$ = 0,35 bar). Zum Öffnen des Auspuffventils ist also eine Kompression von 1350 / 1,4 = 964 erforderlich. P_L steigt dabei auf 964 mbar an. Bei dieser Kompression müßte der Wasserdampfdruck einen Wert von 386 mbar erreichen. Bei einer Pumpentemperatur von 70 °C tritt aber bereits bei 312 mbar Kondensation ein und der Wasserdampf beginnt bei einer Kompression von 780 zu kondensieren, also bei einem Gesamtdruck von $P_L + p_D$ =



1 – 2 Ansaugen
2 – 5 Komprimieren
3 – 4 Gasballasteinlaß
5 – 6 Ausfördern

Abb. 2.12
Arbeitsvorgänge innerhalb einer Drehschieberpumpe mit Gasballasteinrichtung



a) Ohne Gasballast:
1) Die Pumpe ist an das schon fast luftleere Gefäß angeschlossen (ca. 70 mbar). Sie muß also fast nur Dampfteilchen fördern
2) Der Schöpfraum ist vom Gefäß getrennt. Die Verdichtung beginnt
3) Der Inhalt des Schöpfraumes ist schon so weit verdichtet, das sich der Dampf zu Tröpfchen kondensiert, es beginnt in der Pumpe „zu regnen“. Überdruck ist noch nicht erreicht
4) Erst jetzt erzeugt die restliche Luft den erforderlichen Überdruck und öffnet das Auspuffventil, doch der Dampf ist bereits kondensiert und die Tröpfchen sind in der Pumpe niedergeschlagen

b) Mit Gasballast:
1) Die Pumpe ist an das schon fast luftleere Gefäß angeschlossen (ca. 70 mbar). Sie muß also fast nur Dampfteilchen fördern
2) Der Schöpfraum ist vom Gefäß getrennt. Jetzt öffnet das Gasballastventil, wodurch der Schöpfraum zusätzlich von außen mit Luft, dem „Gasballast“, gefüllt wird
3) Das Auspuffventil wird aufgedrückt, Dampf und Gasteilchen werden ausgetsoßen: Der erforderliche Überdruck wurde durch die zusätzliche Gasballstluft schon sehr früh erreicht. Es kam also gar nicht erst zu einer Kondensation
4) Die Pumpe stößt weiter Luft und Dampf aus

Abb 2.13
Veranschaulichung des Pumpvorganges in einer Drehschieberpumpe mit (rechts) und ohne (links) Gasballasteinrichtung beim Absaugen kondensierbarer Dämpfe

780 + 312 = 1092 mbar. Bei diesem Druck öffnet aber das Auspuffventil noch nicht. Bei gleichbleibendem Sättigungsdampfdruck des Wasserdampfes von 312 mbar findet bis zum Öffnen des Auspuffventils eine weitere Kompression des Permanentgases auf 1038 mbar statt, wobei der kondensierende Wasserdampf in Form von kleinen Tröpfchen anfällt und sich mit dem Öl der Pumpe vermischt: In der Pumpe „regnet es", sozusagen. Der Wasserdampf bleibt als Wasser in der Pumpe und emulgiert mit dem Pumpenöl. Damit verschlechtern sich die Schmiereigenschaften des Pumpenöles sehr schnell - ja, die Pumpe kann, wenn sie zuviel Wasser aufgenommen hat, sogar festlaufen.

In der Abb. 2.13 ist der Pumpvorgang in einer Drehschieberpumpe mit und ohne Gasballasteinrichtung beim Absaugen kondensierbarer Dämpfe schematisch dargestellt.
Voraussetzung für ein Abpumpen von Dämpfen bleiben immer 2 Dinge:

1) Die Pumpe muß Betriebstemperatur haben
2) Das Gasballastventil muß offen sein

(Die Pumpentemperatur erhöht sich bei geöffnetem Gasballastventil um etwa 10 °C; vor dem Abpumpen von Dämpfen sollte die Pumpe eine halbe Stunde mit geöffnetem Gasballastventil warmlaufen).

2.1.2.5 Gleichzeitiges Abpumpen von Gasen und Dämpfen

Sollen aus einer Vakuum-Apparatur gleichzeitig Permanentgase und kondensierbare Dämpfe, beispielsweise organische Lösungsmittel abgepumpt werden, kommt es zunächst darauf an, ob der Dampf mit dem Pumpenöl bei Betriebstemperatur der Pumpe mischbar bzw. im Öl löslich ist (komplizierter Fall) oder wie Wasser „nur mit dem Öl emulgiert" (einfacher Fall). Ist, wie im Fall von Wasserdampf, dieser nicht im Pumpenöl löslich, so reicht mitunter der Anteil der abgesaugten Permanentgase aus (auch ohne das Gasballastventil zu öffnen), um eine Kondensation des Dampfes im Innern der Pumpe zu verhindern. Für Wasser ergibt eine Abschätzung, daß bei Rotationspumpen mit einer Arbeitstemperatur von 70 °C Gasballastluft erst dann in die Pumpe eingelassen werden muß, wenn der Dampfanteil des angesaugten Permanentgas-Dampf-Gemisches mehr als etwa 25% beträgt. Welche Dampfmenge in diesem Fall, also ohne das Gasballastventil zu öffnen, mit der Pumpe abgepumpt werden kann, ohne in der Pumpe zu kondensieren, kann einfach berechnet werden:

$$p_D \cdot k < p_{DS} \quad \text{mit} \quad k = \frac{p_v}{p_D + p_L}$$

Durch Umstellung erhält man:

$$\frac{p_D}{p_D + p_L} \leq \frac{p_{DS}}{p_v} \qquad (2.1)$$

Hierin ist:

p_D = der Partialdruck des angesaugten Dampfes

p_L = der Partialdruck der angesaugten Permanentgase (Luft)

p_{DS} = der Sättigungsdampfdruck der angesaugten, dampfförmigen Substanz, der von der Temperatur abhängt (siehe Abb. 2.14)

P_V = Verdichtungsdruck (aus mehreren Anteilen zusammengesetzt) z. B.

$P_V = \Delta p_{Auspuff} + \Delta p_{Ventil} + \Delta p_{Auspuffilter}$

$\Delta p_{Auspuff}$ = der Druckverlust in der Auspuffleitung

Δp_{Ventil} = Druckverlust im Auspuffventil; er beträgt je nach Pumpentyp und Betriebsbedingungen 0,2 . . 0,4 bar

$\Delta p_{Auspuffilter}$ = Druckverlust im Auspuffilter 0 . . 0,5 bar

Beispiel:
Mit einer Drehschieberpumpe, der ein Ölnebelfilter nachgeschaltet ist, werde ein Gemisch aus Wasserdampf und Luft abgepumpt. Der Berechnung nach Gleichung 2.1 werden folgende Zahlenwerte zugrunde gelegt:

Pumpentemperatur 70 °C
$\Delta p_{Auspuff}$ =1 bar; $\Delta p_{Ventil} + \Delta p_{Auspuffilter}$ = 0,35 bar; also P_V = 1,35 bar;
Tabelle 13.13 oder Abb. 2.14 ergibt für t = 70 °C für Wasserdampf p_{DS} = 312 mbar

Gemäß Geichung 2.1:

$$\frac{p_D(H_2O)}{p_D(H_2O) + p_L} \leq \frac{312}{1350} = 0{,}23$$

Der Druck des Wasserdampfanteils darf max. 23 % des Druckes des abgesaugten Wasserdampf-Luftgemisches betragen.

Für alle Dämpfe, die während des Pumpvorganges das Öl ohne nennenswerte direkte Reaktion (z.B. Lösung im Öl) und ohne Schädigung von Öl oder Pumpe (z.B. chemischer Angriff der Dichtungen, Zersetzung des Öls) durchströmen und die erst in der durch die Kompression erzwungenen kondensierten Phase Öl oder Pumpenteile angreifen, läßt sich das Gasballastprinzip so anwenden. Besonders einfach ist die zu Hilfenahme von Dampfdruckkurven. In Abb. 2.14 sind die Dampfdruckkurven von drei Substanzen angegeben und am Beispiel von Wasser die wichtigen Werte markiert: Der Sättigungsdampfdruck von Wasser bei Betriebstemperatur der Pumpe, hier von 75 °C beträgt 385,5 mbar. Soll dieser Wert bei einer Kompression um den Faktor 10 nicht überschritten werden, so darf der Partialdruck des abzusaugenden Wasserdampfes höchstens ein Zehntel davon, also maximal 38,5 mbar betragen.

In Chemie-Anwendungen sollen oft Substanzen abgesaugt werden, die gut in Öl löslich sind, wie z. B. Dämpfe organischer Lösemittel. Solange die errechnete Dampfverträglichkeit bei öllöslichen Stoffen nicht überschritten wird, kann die Anreicherung des Stoffes im Öl zwar nicht verhindert, wohl aber bei einer unschädlichen Gleichgewichtskonzentration gehalten werden. Die Übersicht in Tabelle 2.2 zeigt, welche Auswirkungen andere Dämpfe als Wasser auf die Vakuumpumpe haben, wenn sie nicht mit Gasballast betrieben werden und/oder die Verträglichkeit für den jeweiligen Dampf überschritten wird.

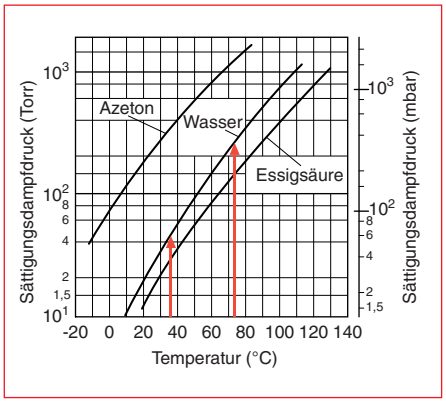


Abb. 2.14
Dampfdruckkurven

	Abgesaugter Stoff: ölunlöslich	Abgesaugter Stoff: öllöslich
$t_P > t_S$	- keine Kondensation	- keine Kondensation - Ölverdünnung bis zu einer Gleichgewichtskonzentration
$t_P < t_S$	- Kondensation - Bildung von Emulsionen	- Kondensation - unbegrenzte Ölverdünnung
t_P Betriebstemperatur der Pumpe t_S Siedetemperatur des abgesaugten Stoffes am Ansaugstutzen der Pumpe		

Tabelle 2.2

Ganz allgemein gilt bei geöffnetem Gasballast folgende Gleichung für die Dampfverträglichkeit p_D bei gleichzeitigem Abpumpen von Gasen und Dämpfen:

$$p_D \leq \frac{B}{S} \cdot \frac{p_v\,(p_{DS} - p_{DB})}{p_v - p_{DS}} + \frac{p_{DS} \cdot p_L}{p_v - p_{DS}} \quad (2.2)$$

Hierin ist:

B = In den Schöpfraum der Pumpe pro Zeiteinheit eingelassenes Luftvolumen, bezogen auf 1013 mbar, kurz Gasballast genannt

S = Saugvermögen der Pumpe (meist kann hierfür das Nennsaugvermögen der betreffenden Vakuumpumpe genommen werden)

$\frac{B}{S}$ = häufig etwa 0,1

p_V = Verdichtungsdruck (aus mehreren Anteilen zusammengesetzt)

p_L = der Partialdruck der Permanentgase am Ansaugstutzen der Pumpe (Luft)

p_{DS} = Sättigungsdampfdruck des Dampfes bei der Betriebstemperatur der Pumpe

p_{DB} = Partialdruck des im Gasballast enthaltenen kondensierbaren Anteils (z.B. Wasserdampf der Luft, wird in praktischen Fällen für 20 °C und 57% relativer Luftfeuchtigkeit zu 13 mbar angenommen)

Welche Dampfdruckwerte hier einzusetzen sind, hängt davon ab, ob der Dampf und das Pumpenöl miteinander mischbar bzw. ineinander löslich sind. Nur wenn dies nicht der Fall ist, wie bei Wasser, kann Gleichung 2.2 direkt angewendet werden. Gibt es Löslichkeit, so muß das Raoult'sche Gesetz berücksichtigt werden. Es besagt: Der Dampfdruck der Komponenten einer flüssigen Mischung von zwei Stoffen ist proportional dem molaren Anteil dieser Komponenten in der Flüssigkeit, multipliziert mit dem Dampfdruck der reinen Komponenten bei der Temperatur der Mischung. Daten für den Gleichgewichtszustand bezüglich Mischbarkeit / Löslichkeit des Dampfes in dem verwendeten Pumpenöl könnten aus Stoff-Datenbanken entnommen und daraus molarer Anteil und verminderter Dampfdruck berechnet werden, aber das ist relativ aufwendig und sagt noch nichts über den zeitlichen Verlauf der Verdünnung aus. Selbst eine grobe Abschätzung erfordert sehr viel Erfahrung. So darf die Dampfdruckverminderung durch Verdünnung keinesfalls die maximal tolerierbare Verdünnung überschreiten, welche nötig ist um noch eine ausreichende Schmierung zu gewährleisten. Oft müssen kürzere Ölwechselintervalle eingeplant werden. Außerdem muß die Medienverträglichkeit aller medienberührenden Teile mit dem abzupumpenden Stoff geprüft werden (Dichtungen, Pumpenteile, Fittings und Rohrleitungen). Bei besonders aggressiven Dämpfen sollte das standardmäßig verwendete Pumpenöl N 62 (Mineralöl) durch Spezialöle, beispielsweise ein Korrosionschutzöl wie Protelen® oder ein synthetisches PFPE-Öl wie Fomblin® ersetzt werden. Siehe dazu die Abschnitte 2.1.2.9 und 12.3.1.2 sowie die Tabellen 13.16 a und b. Wir bitten aber, vor Inbetriebnahme einer derartigen Anwendung Ihre Rückfrage an Leybold zu richten, damit wir Sie fachmännisch beraten können.

Aus Gleichung 2.2 erkennt man, daß bei Verwendung von Gasballast ($B \neq 0$) Dämpfe auch dann abgepumpt werden können, wenn saugseitig kein Permanentgasanteil vorhanden ist ($p_L = 0$). Wenn es sich ausschließlich um Wasserdampf handelt und kein Permanentgasanteil vorhanden ist, geht Gleichung 2.2 in Geichung 2.3 über und man spricht von der Wasserdampfverträglichkeit (siehe Abschnitt 2.1.2.6). Als Gasballast darf auch eine Mischung aus Permanentgas und kondensierbarem Dampf verwendet werden, solange dafür gesorgt wird, daß der Partialdruck dieses Gasballast-Dampfes p_{DB} kleiner ist, als der Sättigungsdampfdruck p_{DS} abgepumpten Dampfes bei der Temperatur der Pumpe.

2.1.2.6 Wasserdampfverträglichkeit

Ein wichtiger Spezialfall der obigen allgemeinen Betrachtungen zur Dampfverträglichkeit ist das Abpumpen von Wasserdampf. Die Wasserdampfverträglichkeit ist nach DIN 28 426/1 wie folgt definiert: „Die Wasserdampfverträglichkeit ist der höchste Wasserdampfdruck mit dem eine Vakuumpumpe unter normalen Umgebungsbedingungen (20 °C, 1013 mbar) reinen Wasserdampf dauernd ansaugen und fördern kann". Sie wird in mbar angegeben und mit $p_{W,0}$ bezeichnet. $p_{W,0}$ ergibt sich aus Gleichung 2.2 wenn für $p_L = 0$ und für p_V der Wert 1333 mbar eingesetzt werden. Dieses ist etwas höher als der normale atmosphärische Umgebungsdruck p_n = 1013 mbar, weil das Gewicht der Ventilplatte und das des Öles über derselben berücksichtigt worden ist. Als Sättigungsdampfdruckwerte für Wasser wird in der Praxis $p_{DS}(H_2O)$ = 13 mbar eingesetzt, das entspricht 57% relativer Feuchtigkeit der Luft bei 20 °C. (siehe Tabelle 13 in Abschnitt 13).

Man erhält: (2.3)

$$p_{W,0} = \frac{B}{S} \cdot \frac{1333 \cdot [p_{DS}(H_2O) - p_{DB}]}{1333 - p_{DS}(H_2O)}\ [\text{mbar}]$$

In ähnlicher Weise ist die Wasserdampf-kapazität c_{WO} definiert: Sie ist das höchste Wassergewicht je Zeiteinheit, das eine Vakuumpumpe unter den Umgebungsbedingungen von 20 °C und 1013 mbar in Form von Wasserdampf dauernd ansaugen und fördern kann. Sie wird in $g \cdot h^{-1}$ angegeben

$$c_{W,0} = 217 \cdot \frac{S \cdot p_{wo}}{T}\ [g \cdot h^{-1}] \quad (2.4)$$

(S in [m³/h], p_{WO} in [mbar], T in [K])

Die **Wasserdampfkapazität** wird aus der Wasserdampfverträglichkeit durch Anwendung des Gesetzes für ideales Gas abgeleitet. Leider ist der Name etwas irreführend.

Für andere Pumpentemperaturen und andere Verdichtungsdrücke gilt für das Ausschieben des komprimierten Gasballast – Dampfgemisches die allgemeinere Gleichung 2.3a:

$$p_{W,0} = \frac{B}{S} \cdot \frac{p_V\left[p_{DS}(H_2O) - p_{DB}\right]}{p_V - p_{DS}(H_2O)} \quad [\text{mbar}] \qquad (2.3a)$$

Wird als Gasballast atmosphärische Luft verwendet mit einem angenommenen Wasserdampfanteil p_{DB} = 13 mbar (57% relative Luftfeuchtigkeit bei 20 °C), so ergibt sich mit B/S = 0,10 und p_V = 1333 mbar für die Wasserdampfverträglichkeit p_{WO} in Abhängigkeit von der Pumpentemperatur die unterste Kurve in Abb. 2.15. Die darüberliegenden Kurven beziehen sich auf den Fall, daß nicht reiner Wasserdampf (p_L = O), sondern eine Mischung aus Permanentgas und Wasserdampf abgepumpt wird ($p_L \neq$ O). In diesem Fall ist p_W natürlich größer als $p_{W,O}$. Die Katalogangaben zur Wasserdampfverträglichkeit $p_{W,O}$ der verschiedenen Pumpentypen stellen daher eine untere und damit sichere Grenze dar.

Gemäß Gleichung 2.3 wurde eine Vergrößerung des Gasballastes B zu einer erhöhten Wasserdampfverträglichkeit $p_{W,O}$ führen. Praktisch ist jedoch einer Vergrößerung von B, insbesondere bei einstufigen Gasballastpumpen, dadurch eine Grenze gesetzt, daß sich das bei offenem Gasballastventil erzielbare Endvakuum mit zunehmendem Gasballast B verschlechtert.

Analoges gilt auch bei Betrachtung der allgemeinen Gleichung 2.2 für die Dampfverträglichkeit p_D. Beim Beginn eines Auspumpvorganges sollten Gasballastpumpen stets mit geöffnetem Gasballastventil laufen. An den Wänden eines Behälters befindet sich fast immer eine dünne Wasserhaut, die erst allmählich abdampft. Erst wenn der Dampf abgepumpt ist, sollte das Gasballastventil geschlossen werden, um zu niedrigen Enddrücken zu gelangen. Leybold-Pumpen haben im allgemeinen eine Wasserdampfverträglichkeit zwischen 20 und 66 mbar. Zweistufige Pumpen können, sofern sie verschieden große Schöpfräume besitzen, entsprechend dem Kompressionsverhältnis zwischen ihren Stufen, andere Wasserdampfverträglichkeiten haben.

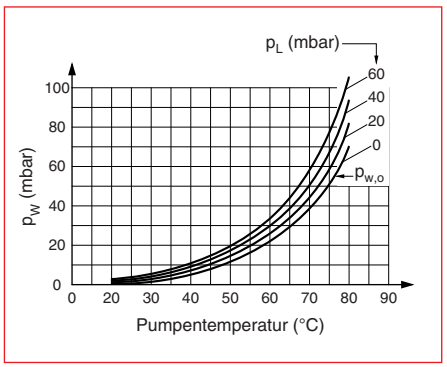


Abb. 2.15
Partialdruck p_W von Wasserdampf, der bei Betrieb einer Pumpe mit Gasballast ohne Kondensation in der Pumpe abgepumpt werden kann, als Funktion der Pumpentemperatur bei verschiedenen Luftpartialdrücken p_L als Parameter. Die unterste Kurve entspricht der Wasserdampfverträglichkeit $p_{W,O}$ der Pumpe

2.1.2.7 Kondensatoren

Die Kondensatoren gehören eigentlich in die Gruppe der „Gasbindenden Pumpen". Da sie aber praktisch immer in Kombination mit Gasballastpumpen (Drehschieber- und Sperrschieberpumpen) eingesetzt werden sollen sie hier besprochen werden, um diesen Zusammenhang unterstreichen.

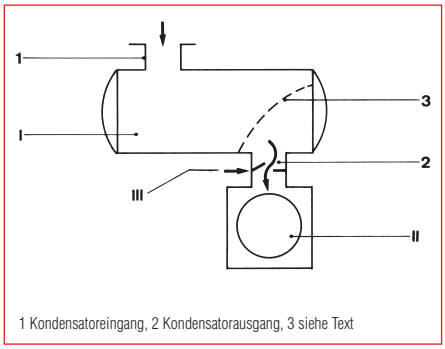
Zum Abpumpen größerer Mengen von Wasserdampf ist der Kondensator die wirtschaftlichste Pumpe. Der Kondensator wird in der Regel mit Wasser solcher Temperatur gekühlt, daß die Kondensator-Temperatur genügend tief unter dem Taupunkt des Wasserdampfes liegt, um eine wirtschaftliche Kondensations- oder Pumpwirkung zu gewährleisten. Zur Kühlung werden aber auch andere Stoffe wie z.B. Sole und Kältemittel (NH_3, Frigen®) verwendet.

Beim Abpumpen von Wasserdampf im industriellen Maßstab fällt immer auch eine gewisse Menge Luft an, die entweder im Dampf enthalten ist oder von Undichtheiten der Anlage herrührt. (Die folgenden, für Luft und Wasserdampf angestellten Betrachtungen gelten in sinngemäßer Übertragung allgemein auch für andere Dämpfe als Wasser.) Dem Kondensator muß daher eine Gasballastpumpe nachgeschaltet werden (siehe Abb. 2.16); er arbeitet also – in Analogie zur Wälzkolbenpumpe – stets in einer Pumpenkombination. Die Gasballastpumpe hat die Aufgabe, den Luftanteil, der oft nur einen geringen Teil der anfallenden Wasserdampfmenge ausmacht, abzusaugen, ohne gleichzeitig viel Dampf abzupumpen. Es ist daher verständlich, daß die in der Kombination Kondensator-Gasballastpumpe im stationären Zustand sich einstellenden Strömungsverhältnisse, die sich im Gebiete des Grobvakuums abspielen, nicht ohne weiteres zu übersehen sind. Die einfache Anwendung der Kontinuitätsgleichung ist nicht ausreichend, da man es nicht mehr mit einem quellen- oder senkenfreien Strömungsfeld zu tun hat (der Kondensator ist auf Grund der Kondensationsvorgänge eine Senke). Hierauf wird an dieser Stelle besonders hingewiesen. In praktischen Fällen sollte ein eventuelles „Nichtfunktionieren" der Kombination Kondensator-Gasballastpumpe nicht gleich einem Versagen des Kondensators zugeschrieben werden.

Bei der Dimensionierung der Kombination Kondensator-Gasballastpumpe ist folgendes zu berücksichtigen:

a) Der Anteil der gleichzeitig mit dem Wasserdampf abzupumpenden Permanentgase (Luft) sollte nicht zu hoch sein. Bei Luftpartialdrücken, die mehr als ca. 5 % des Totaldruckes am Ausgang des Kondensators ausmachen, entsteht ein merklicher Luftstau vor den Kondensationsflächen. Der Kondensator kann dann seine volle Leistung nicht erreichen. Siehe hierzu auch die Ausführungen in Absatz 5.1.2 über das gleichzeitige Abpumpen von Gasen und Dämpfen.

b) Der Wasserdampfdruck am Kondensator-Ausgang, d. h. also an der Saugseite der Gasballastpumpe, sollte, sofern nicht die im Abschnitt 5.1.2 näher beschriebene Permanent-Gasmenge gleichzeitig abgepumpt wird, nicht höher sein als die katalogmäßig angegebene Wasserdampfverträglichkeit der betreffenden Gasballastpumpe. Ist, was sich in der Praxis nicht immer vermeiden läßt, am Kondensator-Ausgang ein höherer Wasserdampfpartialdruck zu erwarten, so baut man zweckmäßigerweise zwischen Kondensator-Ausgang und Saugstutzen der Gasballastpumpe eine Drosselstelle ein. Der Leitwert dieser Drosselstelle sollte ver-



1 Kondensatoreingang, 2 Kondensatorausgang, 3 siehe Text

Abb. 2.16
Kondensator I mit nachgeschalteter Gasballastpumpe II zum Abpumpen großer Wasserdampfmengen im Grobvakuum Bereich III – einstellbare Drosselstelle

änderlich und so bemessen sein (siehe Abschnitt 1.8), daß bei voller Drosselung der Druck im Ansaugstutzen der Gasballastpumpe nicht höher werden kann als die Wasserdampfverträglichkeit. Auch die Verwendung anderer Kühlmittel oder eine Erniedrigung der Kühlwassertemperatur vermag in vielen Fällen den Wasserdampf-Druck unter den erforderlichen Wert zu senken.

Zur **rechnerischen Behandlung** der Kombination Kondensator-Gasballastpumpe genügt es vorauszusetzen, daß im Kondensator selbst kein Druckverlust auftritt, daß also der Totaldruck am Kondensator-Eingang $p_{tot\,1}$ gleich ist dem Totaldruck am Kondensator-Ausgang $p_{tot\,2}$:

$$p_{tot\,1} = p_{tot\,2} \qquad (2.5)$$

Der Totaldruck setzt sich zusammen aus den Partialdruck-Anteilen der Luft p_L und des Wasserdampfes p_D:

$$p_{L1} + p_{D1} = p_{L2} + p_{D2} \qquad (2.5a)$$

Da infolge der Wirksamkeit des Kondensators der Dampfdruck p_{D2} am Ausgang des Kondensators stets kleiner sein muß als am Eingang, muß zur Erfüllung von Gleichung 2.5 der Luftpartialdruck p_{L2} am Ausgang größer sein als am Eingang p_{L1} (siehe Abb. 2.18), auch wenn keine Drosselstelle vorhanden ist.

Der höhere Luftpartialdruck p_{L2} am Kondensator-Ausgang wird durch einen Luftstau erzeugt, der so lange am Ausgang vorhanden ist, bis sich ein stationäres Strömungsgleichgewicht einstellt. Von diesem Luftstau wird durch die (eventuell gedrosselte) Gasballastpumpe im Gleichgewicht gerade so viel abgepumpt, wie vom Eingang (1) durch den Kondensator hinzuströmt.

Auf Gleichung 2.5a bauen sich alle Berechnungen auf, für die jedoch Angaben über die Menge der abzusaugenden Dämpfe und Permanentgase, die Zusammensetzung und den Druck zur Verfügung stehen sollten. Daraus kann die Größe des Kondensators und der Gasballastpumpe berechnet werden, wobei diese beiden Größen allerdings nicht unabhängig voneinander sind. Das Ergebnis einer solchen Berechnung ist in Abb. 2.17 am Beispiel eines Kondensators mit einer Kondensationsfläche von 1 m² dargestellt, dessen Kondensationsleistung bei einem Ansaugdruck p_{D1} von 40 mbar reinem Wasserdampf 15 kg/h beträgt, wenn der Anteil der Permanentgase sehr klein ist und stündlich 1 m³ Kühlwasser, bei einem Leitungsdruck von 3 bar Überdruck und einer Temperatur von 12 °C verbraucht wird. Das erforderliche Saugvermögen der Gasballastpumpe richtet sich nach den vorliegenden Betriebsverhältnissen, insbesondere nach der Größe des Kondensators. Je nach der Wirksamkeit des Kondensators liegt der Wasserdampfpartialdruck p_{D2} mehr oder weniger über dem Sättigungsdruck p_s, welcher der Temperatur des Kühlmittels entspricht. (Bei Kühlung mit Wasser von 13 °C würde also (gem. Tabelle 13.13) p_S = 15 mbar sein. Demgemäß ändert sich auch der am Kondensatorausgang herrschende Luftpartialdruck p_{L2}. Bei einem großen Kondensator ist $p_{D2} \approx p_S$, der Luftpartialdruck $p_{L,2}$ also groß und damit – wegen $p_L \cdot V$ = konst. – das anfallende Luftvolumen klein. Es wird also nur eine relativ kleine Gasballastpumpe benötigt. Ist der Kondensator aber klein, tritt der umgekehrte Fall $p_{D2} > p_s$ ein: p_{L2} ist klein, daher wird eine relativ große Gasballastpumpe benötigt. In praktisch vorkommenden Pumpprozessen mit Kondensatoren wird die Übersicht dadurch erschwert, daß während eines Pumpprozesses die anfallende Luftmenge keineswegs konstant zu sein braucht, sondern in mehr oder weniger weiten Grenzen schwanken kann. Es ist also erforderlich, daß das am Kondensator wirksame effektive Saugvermögen der Gasballastpumpe in gewissen Grenzen reguliert werden kann.

In der Praxis sind folgende Maßnahmen üblich: Es wird

a) eine **Drosselstrecke** zwischen Gasballastpumpe und Kondensator gelegt, die während der Grobevakuierung kurzgeschlossen wird. Der Strömungswiderstand der Drosselstrecke muß so einstellbar sein, daß das effektive Saugvermögen der Pumpe auf den notwendigen Wert vermindert werden kann. Dieser Wert kann

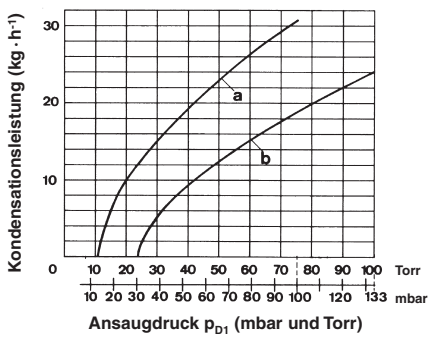


Abb. 2.17
Kondensationsleistung des Kondensators (Kondensationsfläche 1 m²) in Abhängigkeit vom Ansaugdruck p_{D1} des Wasserdampfes. Kurve a Kühlwassertemperatur 12 °C; Kurve b: Temperatur 25 °C, Verbrauch in beiden Fällen 1 m³/h bei 3 bar Überdruck

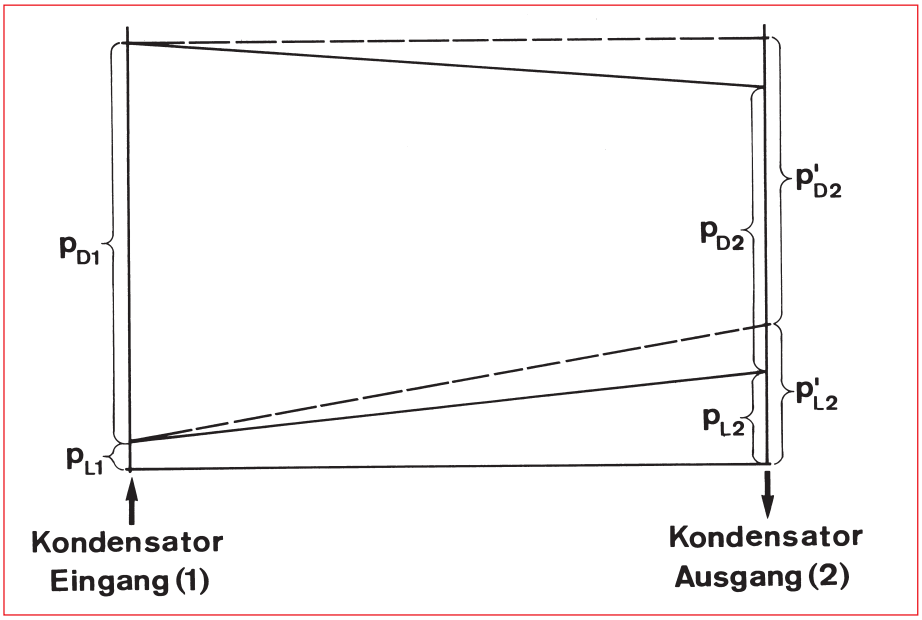


Abb. 2.18
Schematische Darstellung des Druckverlaufes im Kondensator. Die ausgezogenen Linien entsprechen den Verhältnissen in einem Kondensator, in dem ein geringfügiger Druckabfall stattfindet ($p_{tot\,2}$ ($p_{tot\,1}$), Die gestrichelten Linien gelten für einen idealen Kondensator ($p_{tot\,2} \approx p_{tot\,1}$). p_D ; Partialdruck des Wasserdampfes, p_L : Partialdruck der Luft

nach den Gleichungen in Abschnitt 5.1.2 errechnet werden.

b) **neben der großen Pumpe** zum Grobevakuieren wird eine **Haltepumpe mit kleinem Saugvermögen** aufgestellt, die entsprechend der auftretenden minimalen Luftmenge dimensioniert ist. Diese Haltepumpe hat lediglich den Zweck, während des Prozesses den optimalen Betriebsdruck aufrechtzuerhalten.

c) die notwendige **Luftmenge wird durch ein Dosierventil** in die Saugleitung der Pumpe eingelassen. Diese zusätzliche Luftmenge wirkt wie ein vergrößerter Gasballast, der die Wasserdampfverträglichkeit der Pumpe heraufsetzt. Diese Maßnahme hat aber in den meisten Fällen zur Folge, daß die Leistung des Kondensators verringert wird. Außerdem bedeutet die zusätzlich eingelassene Luftmenge für die Gasballastpumpe einen zusätzlichen Energieaufwand und einen erhöhten Ölverbrauch (siehe hierzu Abschnitt 12.3.1.1). Da der Wirkungsgrad des Kondensators bei zu großem Luftpartialdruck im Kondensator verschlechtert wird, sollte der Lufteinlaß nicht vor, sondern, wenn überhaupt, nur hinter dem Kondensator erfolgen.

Ist die Anlaufzeit eines Prozesses kurz gegen den Prozeßablauf, so wird man den technisch einfachsten Weg der Grob- und der Haltepumpe gehen. Prozesse mit stark veränderlichem Ablauf werden eine verstellbare Drosselstrecke, nötigenfalls auch einen regulierbaren Lufteinlaß erfordern.

An der Saugseite der Gasballastpumpe ist immer ein Wasserdampfpartialdruck p_{D2} vorhanden. Dieser ist mindestens so groß wie der Sättigungsdampfdruck des Wassers bei der Temperatur des Kühlmittels. Dieser ideale Fall ist praktisch nur mit einem sehr großen Kondensator zu verwirklichen.

Im Hinblick auf die Praxis lassen sich aus dem Gesagten grundsätzliche Regeln für die beiden folgenden Fälle herleiten:

1. **Abpumpen von Permanentgasen** mit Anteilen von Wasserdampf: Hier erfolgt die Dimensionierung der Kombination Kondensator-Gasballastpumpe auf Grund der abzupumpenden Permanentgasmenge. Der Kondensator hat lediglich die Aufgabe, den Wasserdampfdruck vor dem Saugstutzen der Gasballastpumpe auf einen Wert unterhalb der Wasserdampfverträglichkeit herabzusetzen.

2. **Abpumpen von Wasserdampf** mit Anteilen von Permanentgasen: Hier ist, um eine hohe Effektivität des Kondensators zu erreichen, ein möglichst kleiner Partialdruck der Permanentgase im Kondensator anzustreben. Selbst wenn der Wasserdampfpartialdruck am Kondensator größer sein sollte als die Wasserdampfverträglichkeit der Gasballastpumpe, so ist selbst eine relativ kleine Gasballastpumpe im allgemeinen groß genug, um auch bei der dann erforderlichen Drosselung die anfallenden Permanentgase noch abzupumpen.

Wichtiger Hinweis: Wird im Laufe des Prozesses der Sättigungsdampfdruck des Kondensates im Kondensator (abhängig von der Kühlwassertemperatur) unterschritten, so muß der Kondensator ausgeblockt oder zumindest die Kondensat-Sammelvorlage abgesperrt werden. Geschieht dies nicht, so pumpt die Gasballastpumpe den zuvor im Kondensator kondensierten Dampf hieraus wieder ab.

2.1.2.8 Zubehör zu ölgedichteten Rotations-Verdrängerpumpen

Während eines Vakuumprozesses können in einem Vakuum-Behälter Substanzen anfallen, die für Rotationspumpen schädlich sind.

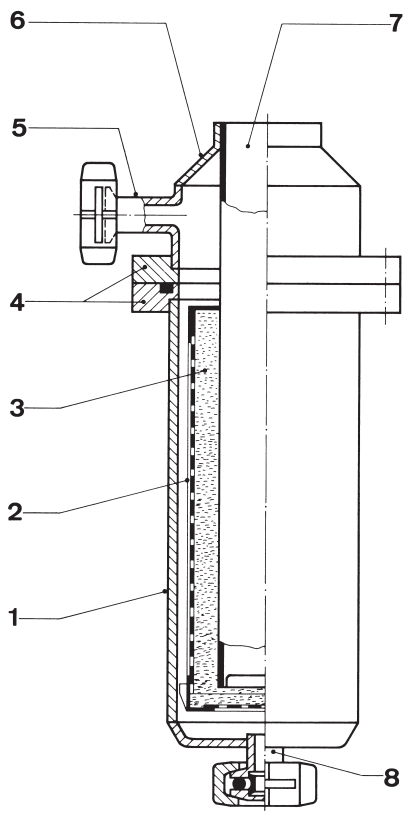
Wasserdampfabscheidung
Bei nassen Vakuumprozessen fällt Wasserdampf an. Das kann dazu führen, daß sich Wasser in der Ansaugleitung niederschlägt. Würde dieses Kondensat aber in den Saugstutzen der Pumpe gelangen, so kann dies zu einer Verunreinigung des Pumpenöls führen. Die Pumpeigenschaften ölgedichteter Pumpen können auf diese Weise erheblich beeinträchtigt werden. Andererseits kann auch der durch das Auspuffventil der Pumpe ausgestoßene Wasserdampf in der Auspuffleitung kondensieren. Das Kondensat kann, sofern die Auspuffleitung nicht so angeordnet ist, daß anfallende Kondensate nach außen ablaufen können, auch von hier durch das Auspuffventil in das Pumpeninnere gelangen. Bei Anfall von Wasserdampf, aber auch bei Anfall anderer Dämpfe, wird daher die Anbringung von **Abscheidern** (Kondensatfallen) dringend empfohlen. Wird keine Auspuffleitung an die Gasballastpumpe angeschlossen (z.B. bei kleineren Drehschieberpumpen), so wird die Anbringung von **Auspuffiltern** empfohlen. Diese fangen den von der Pumpe ausgestoßenen Ölnebel auf.

Einige Pumpen besitzen leicht auswechselbare Filterpatronen, die nicht nur den Ölnebel zurückhalten, sondern das Pumpenöl laufend von Verunreinigungen säubern. Sofern der Wasserdampfanfall höher ist als die katalogmäßig angegebene Wasserdampfverträglichkeit der Pumpe, sollte stets ein Kondensator zwischen Rezipient und Pumpe geschaltet werden. (Näheres siehe Abschnitt 2.1.2.7).

Staubabscheidung
Feste Verunreinigungen, wie Staub- und Sandkörner, erhöhen den Verschleiß der Drehkolben und der Oberflächen im Innern des Pumpengehäuses erheblich. Sofern die Gefahr besteht, daß derartige Verunreinigungen in die Pumpe gelangen könnten, sollte ein **Staubabscheider** oder **Staubfilter** in die Ansaugleitung der Pumpe eingebaut werden. Hier stehen heute nicht nur die herkömmlichen Filter mit relativ großen Gehäusen und passenden Filtereinsätzen zur Verfügung, sondern auch Gewebe-Feinfilter, die im Zentrierring des Kleinflansches befestigt sind. Gegebenenfalls ist eine Querschnittserweiterung mit KF-Übergangsstükken zu empfehlen.

Öldampfabscheidung
Der mit ölgedichteten Drehkolbenpumpen erreichbare Enddruck wird von Wasserdampf und Kohlenwasserstoffen aus dem Pumpenöl stark beeinflußt. Besonders bei zweistufigen Drehschieberpumpen läßt sich eine geringe Rückströmung dieser Moleküle aus dem Pumpeninneren in den Rezipienten nicht ganz vermeiden. Zur Erzeugung kohlenwasserstoffreier Hoch- und Ultrahochvakua, z.B. mit Ionen-Zerstäuber- oder Turbo-Molekularpumpen, ist jedoch ein möglichst ölfreies Vakuum auch auf der Vorvakuumseite dieser Pumpen erforderlich. Um dies zu erreichen, werden **Feinvakuum-Adsorptionsfallen** (s. Abb. 2.19), die mit einem geeigneten Adsorptionsmittel (LINDE-Molekularsieb 13X) gefüllt sind, in die Saugleitung ölgedichteter Vorpumpen eingebaut. Die Wirkungsweise einer Adsorptionsfalle ist ähnlich der einer Adsorptionspumpe. Näheres hierüber siehe in Abschnitt 4.1.1. Werden Feinvakuum-Adsorptionsfallen in Saugleitungen ölge-

dichteter Drehschieberpumpen im Dauerbetrieb eingesetzt, so empfiehlt es sich, zwei Adsorptionsfallen, jeweils durch Ventile getrennt, parallel einzubauen. Erfahrungsgemäß verliert das als Adsorptionsmittel verwendete Zeolith nach etwa 10-14 Tagen Dauerbetrieb stark an Adsorptionsvermögen. Um den Prozeß nicht unterbrechen zu müssen, kann dann unmittelbar auf die andere, zwischenzeitlich regenerierte Adsorptionsfalle umgeschaltet werden. Beim Ausheizen der jeweils nicht in die Saugleitung geschalteten Adsorptionsfalle sollten die von der Oberfläche des Zeoliths entweichenden Dämpfe von einer Hilfspumpe abgepumpt werden. Ein Abpumpen durch die in Betrieb befindliche Gasballastpumpe führt im allgemeinen zu einer Bedeckung des Zeoliths in der anderen, nicht beheizten Adsorptionsfalle und damit zu einem vorzeitigen Nachlassen der Adsorptionskapazität dieser Falle.



1 Gehäuse
2 Siebkorb
3 Molekularsieb (Füllung)
4 Dichrungsflansche
5 Ansaugstutzen mit Kleinflansch
6 Oberteil
7 Heiz- oder Kühlmediumbehälter
8 Pumpenseitiger Anschluß mit Kleinflansch

Abb. 2.19
Schnitt durch eine Feinvakuum-Adsorptionsfalle

Verminderung des effektiven Saugvermögens

Alle Filter, Abscheider, Kondensatoren und Ventile in der Ansaugleitung vermindern das effektive Saugvermögen der Pumpe. Auf Grund der katalogmäßig aufgeführten Leitwerte oder des Drosselungsfaktors kann das wirksame Saugvermögen der Pumpe errechnet werden. Näheres hierüber siehe Abschnitt 1.8

2.1.2.9 Öle für Rotationsverdränger Vakuumpumpen

Schmieröle für rotierende Vakuumpumpen müssen hohe Anforderungen erfüllen. Der Dampfdruck muß auch bei höheren Temperaturen niedrig, Wassergehalt und Wasseraufnahme sollen minimal sein. Sie müssen eine flache Viskositätskurve besitzen, ausgezeichnete Schmiereigenschaften haben und beständig sein gegen Cracken bei mechanischer Beanspruchung.

Die nachfolgend aufgeführten Vakuumpumpenöle wurden alle in werkseigenen Labors durch umfangreiche Versuchsreihen unter Anwendungsbedingungen für ihren Einsatz in den Baureihen der TRIVAC-, SOGEVAC-, Sperrschieber (DK)- und Rootspumpen erprobt, was durch entsprechende Hinweise vermerkt ist. Wir empfehlen daher den Einsatz der bei Leybold qualifizierten Vakuumpumpenöle, um die optimale Leistungsfähigkeit der Leybold Vakuumpumpen und optimale Öl-Wechselintervalle zu erhalten.

Unter vakuumtechnischen Bedingungen können sich Schmieröle, besonders die additivierten, völlig anders als erwartet verhalten. Additive können den Enddruck negativ beeinflussen und Reaktionen mit den anfallenden Medien eingehen. Bei Einsatz von nicht qualifizierten Fremdölen können die Öl-Wechselintervalle und die Leistungsfähigkeit der Vakuumpumpen reduziert werden. Ebenso sind ungewünschte Ablagerungen bis hin zu Schädigungen an der Vakuumpumpe möglich. Gewährleistungsverpflichtungen werden daher vom Einsatz der von Leybold qualifizierten Schmieröle abhängig gemacht. Schäden, die durch die Verwendung ungeeigneter, nicht qualifizierter Schmieröle verursacht werden, fallen nicht unter die Gewährleistung.

Um auf die unterschiedlichsten Applikationen unserer Kunden optimal eingehen zu können, finden verschiedene Schmierölltypen in unseren Pumpen-Baureihen Verwendung. Aufgrund ihrer unterschiedlichen Eigenschaften sind nicht alle Öle für alle Baureihen geeignet. In der folgenden Übersicht ist bei den einzelnen Schmierölgruppen vermerkt in welchen Pumpenbaureihen sie verwendet werden.

Über Technische Daten und Anwendungsdaten der Öle für die TRIVAC-Baureihe gibt Tabelle 13.16a, für die SOGEVAC-Baureihe Tabelle 13.16b, für die Sperrschieberpumpen (DK)-Baureihe Tabelle 13.16c und für Rootspumpen Tabelle 13.16d Auskunft. Wegen ihrer unterschiedlichen Eigenschaften sind nicht alle Öle für alle Pumpen einer Baureihe geeignet. Wegen möglicher Kombinationen fragen Sie bitte die Fachabteilung von Leybold-Vakuum.

Schmieröl-Typen

Mineralöle
(TRIVAC, SOGEVAC, DK, Roots)

Mineralöle sind aus Erdöl gewonnene Destillations- und Raffinationsprodukte. Sie sind keine exakt definierten Verbindungen, sondern ein komplexes Gemisch. Die Vorbehandlung und die Zusammensetzung des Mineralöls entscheidet über seine Einsatzgebiete. Je nach Verteilung der Kohlenwasserstoffe und Dominanz der Eigenschaften werden die Mineralöle in Paraffinbasisch, Naphthenbasisch und Aromatisch unterteilt. Zur Erreichung besonders guter Enddrücke müssen Mineralöle auf Basis einer Kernfraktion gewählt werden.

Die thermische und chemische Beständigkeit der Mineralöle ist für einen Großteil der Anwendungen ausreichend. Sie weisen eine sehr gute Elastomerverträglichkeit und Hydrolysebeständigkeit auf.

Synthetische Öle
(TRIVAC, SOGEVAC, DK, Roots)

Synthetische Öle werden durch chemische Reaktionen erzeugt. Die Gruppe der Synthetischen Öle beinhalten Flüssigkeiten unterschiedlichster chemischer Struktur und Zusammensetzung. Dementsprechend weisen sie in ihrem physikalischen und chemischen Verhalten starke Differenzen auf. Synthetische Öle gelangen dann zum Einsatz, wenn für einen speziellen Einsatzfall

besondere Eigenschaften gefordert werden, die ein Mineralöl nicht erfüllen kann.

Zu den Synthetischen Ölen zählen:

Polyalfaolefine (PAO)
(TRIVAC)

Polyalfaolefine sind synthetische Kohlenwasserstoffe, die paraffinähnlich sind, aber eine einheitliche Struktur aufweisen. Die thermische und chemische Beständigkeit ist besser als bei Mineralölen. Die Elastomerverträglichkeit und Hydrolysebeständigkeit ist mit Mineralölen vergleichbar.

Esteröle
(TRIVAC, SOGEVAC, Roots)

Esteröle sind organische Verbindungen, die sich besonders durch ihre hohe thermische Beständigkeit im Vergleich zu Mineralölen auszeichnen. Die chemische Beständigkeit ist im allgemeinen gut, aber abhängig vom Typ des Esteröls. Die Elastomerverträglichkeit und Hydrolysebeständigkeit ist weniger gut als bei Mineralölen.

Perfluorierter Polyether (PFPE)
(TRIVAC, SOGEVAC, DK, Roots)

Dieses sind Öle, die nur aus Kohlenstoff (C)-, Fluor (F)- und Sauerstoff (O)- Atomen aufgebaut sind. Die vorhandenen C-O und C-F-Bindungen sind äußerst stabil. Daher sind PFPE-Öle praktisch gegen jeden chemischen und oxidativen Einfluß inert. Perfluorpolyether polymerisieren nicht unter Einfluß energiereicher Strahlung.

PFPE ist nicht entflammbar. Perfluorierte Polyether werden beim Abpumpen von stark reaktiven Stoffen verwendet, beispielsweise von Sauerstoff O_2, Fluor F_2 und Uranhexafluorid UF_6. Gegenüber Lewis-Säuren, wie Bortrifluorid BF_3 oder Aluminiumtrichlorid $AlCl_3$, sind sie nicht vollständig inert. Hier kann eine Reaktion ab ca. 100 °C stattfinden. Perfluorierte Polyether sind thermisch hochstabil. Eine thermische Zersetzung kann erst ab Temperaturen über 290 °C auftreten. Vorsicht: Perfluorierte Polyether setzen im Fall einer thermischen Zersetzung toxische und korrosive Gase frei: Fluorwasserstoff HF, Carbonyldifluorid COF_2. Deshalb muß im Arbeitsbereich, in dem mit PFPE gearbeitet wird, der Umgang mit offenem Feuer vermieden werden. Im Arbeitsbereich darf nicht geraucht werden.

Für den Einsatz von Perfluorierten Polyethern dürfen nur entsprechend vorbereitete Pumpen verwendet werden, da diese frei von Kohlenwasserstoffen sein müssen. Ein Wechsel von einem anderen Grundöltyp auf PFPE darf nur von autorisierten Service Centern durchgeführt werden. Die Pumpe muß komplett demontiert und sorgfältig gereinigt werden. Dichtungen und Filter müssen gewechselt und geeignete Fette verwendet werden.

2.2 Trockenverdichtende Rotations-Verdrängerpumpen die gegen Atmosphäre verdichten

In diese Gruppe der trockenverdichtenden Drehkolben-Vakuumpumpen gehören die Klauenpumpen, die Schraubenpumpen und die Scrollpumpen.

2.2.1 Klauenpumpen

Klauenpumpen können mehrstufig aufgebaut sein; ihre Rotoren haben die Form von Klauen. Das **Funktionsprinzip** einer Klauenpumpe soll zunächst an einer vierstufigen Ausführung erklärt werden. Das Pumpengehäuse hat innen im Querschnitt die Form zweier sich teilweise überschneidender Kreiszylinder (Abb. 2.20). Innerhalb dieser Kreiszylinder drehen sich in jeder Pumpstufe berührungsfrei zwei Rotoren (1) mit ihren Klauen und den dazu passenden Aussparungen gegenläufig um ihre senkrechten Achsen. Die Rotoren werden wie bei einer Wälzkolbenpumpe durch das Getriebe synchronisiert. Der Abstand der Rotoren in der Gehäusemitte und das Spiel zu der Gehäuseinnenwand ist zum Zweck der Abdichtung sehr eng; beides liegt in der Größenordnung von einigen 0,01 mm. Dabei schließen und öffnen die Rotoren periodisch die Ansaug- und Auspuffschlitze (5) und (4). Zu Beginn des Arbeitsganges in Stellung a öffnet der rechte Rotor gerade den Ansaugschlitz (5). In den sich nun ständig vergrößernden Ansaugraum (3) in Stellung b strömt so lange Gas ein, bis der rechte Rotor in Stellung c den Ansaugschlitz (5) wieder verschließt.
Nach dem Durchgang der beiden Klauen durch die Mittellage wird das eingeströmte Gas jetzt im Verdichtungsraum (2) (Stellung a) so weit komprimiert, bis der Auspuffschlitz (4) vom linken Rotor freigegebenen (Stellung b) und das Gas ausgefördert wird. Unmittelbar nach Kompressionsbeginn (Stellung a) erfolgt gleichzeitig das Öffnen des Ansaugschlitzes (5) und Gas strömt erneut in den sich bildenden Ansaugraum (3) ein (Stellung b). Einströmen und Ausstoßen des Gases erfolgt in zwei Halbperioden.
Jeder Rotor dreht sich während eines vollständigen Arbeitszykluses zweimal. Zwischen den Pumpstufen befinden sich Zwischenscheiben mit Überströmkanälen, die von der Auspuffseite der oberen Stufe zur Ansaugseite der nächsten Pumpstufe geführt werden, so daß alle Eingangs- bzw. Ausgangsseiten senkrecht übereinander angeordnet sind (Abb. 2.21). Während in einer Wälzkolbenpumpe das einströmende Gas mit konstantem Volumen durch die Pumpe gefördert wird und die Verdichtung erst in der Vorvakuumleitung erfolgt (vgl. Abschnitt 2.3), verdichtet die Klauenpumpe bereits innerhalb der Arbeitskammer und zwar so lange bis ein Rotor den Auspuffschlitz freigibt. Die Abb. 2.24 zeigt die durchschnittlichen Druckverhältnisse in den einzelnen Pumpstufen einer DRYVAC bei einem Ansaugdruck von 1 mbar. Um den sehr verschiedenen Anforderungen der Anwender gerecht zu werden, baut Leybold zwei unterschiedliche Klauenpumpenreihen, die sich wesentlich in der Art des Verdichtungsvorganges unterscheiden:

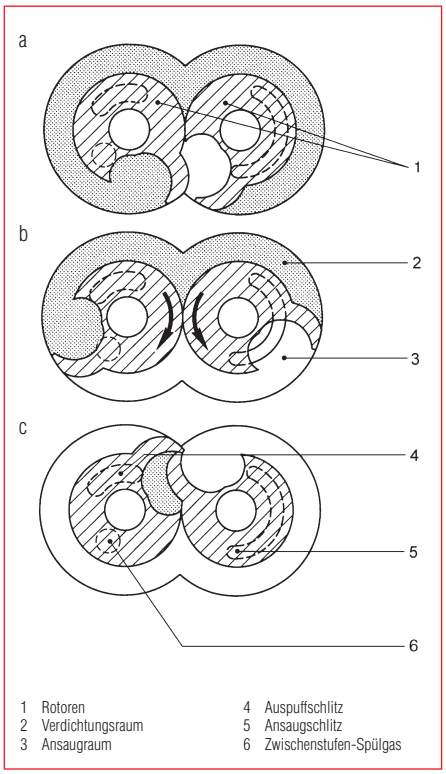


Abb. 2.20
Schematische Darstellung des Funktionsprinzipes

1) Pumpen **mit innerer Verdichtung**, mehrstufig für die **Halbleiterindustrie (DRYVAC-Reihe)** und

2) Pumpen **ohne innere Verdichtung,** zweistufig für die **Chemie (ALL·ex)**.

Abb. 2.22 und 2.23 sollen den Unterschied im Konzept veranschaulichen. Dargestellt ist der Verlauf des Druckes als Funktion des Schöpfraumvolumens im p_V-Diagramm.

Abb. 2.22 zeigt den (polytropen) Verdichtungsverlauf in Pumpen mit innerer Verdichtung. Der Druckanstieg erfolgt bis zum Öffnungspunkt des Auspuffschlitzes. Ist zu diesem Zeitpunkt der Auspuffgegendruck noch nicht erreicht, erfolgt aufgrund der vorliegenden Druckdifferenz eine schlagartige Belüftung des Verdichtungsraumes durch heißes Auspuffgas. Bei weiterer Verkleinerung des Volumens wird das dann unter Auspuffdruck stehende Gas ausgeschoben. Die bei der Verdichtung verrichtete Kompressionsarbeit ist als Fläche unter der p_V-Kurve 1-2-3-4 dargestellt. Diese Kompessionsarbeit wird nahezu vollständig in Wärme umgesetzt. In trockenverdichtenden Vakuumpumpen kann diese Wärme aufgrund der geringen Gasdichte nur schlecht an die gekühlten Gehäusewände abgegeben werden, was zu hohen Gastemperaturen innerhalb der Pumpe führt. Erfahrungen mit Klauenvakuumpumpen zeigen, daß die höchsten Temperaturen an den Rotoren auftreten.

Abb. 2.23 zeigt das Prinzip der isochoren Verdichtung im p_V-Diagramm. Die Verdichtung erfolgt hier nicht durch Verkleinerung des Schöpfraumvolumens, sondern nach Beendigung des Ansaugvorganges durch Belüftung mit Kaltgas, das von außen zugeführt wird. Es handelt sich dabei um eine ähnliche Verfahrensweise wie beim Einlassen von Gasballast-Gas bei Öffnen des Gasballastventils nach der Beendigung der Ansaugphase. Aus dem Diagramm wird deutlich, daß bei einer isochoren Verdichtung eine höhere Kompressionsarbeit verrichtet werden muß, aber die Belüftung erfolgt nicht durch heißes Auspuffgas sondern durch Kaltgas. Diese direkte Gaskühlung führt zu deutlich erniedrigten Rotortemperaturen. Pumpen dieser Bauart werden als **ALL·ex** im Abschnitt 2.2.1.2 besprochen.

2.2.1.1 Klauenpumpen mit innerer Verdichtung für die Halbleiterindustrie („DRYVAC-Reihe“)

Aufbau der DRYVAC-Pumpen (Abb. 2.21) Infolge der in den einzelnen Pumpstufen geleisteten Kompressionsarbeit benötigen mehrstufige Klauenpumpen zur Abfuhr der Kompressionswärme eine Wasserkühlung für die vier Stufen. Während der Förderraum der Pumpe von Dicht- und Schmiermitteln frei ist, werden das Getriebe und die unteren Lager der Pumpenwelle mit einem perfluorierten Polyether (PFPE) geschmiert. Der Getriebekasten wird vom Förderraum durch Kolbenringe und einem Radial-

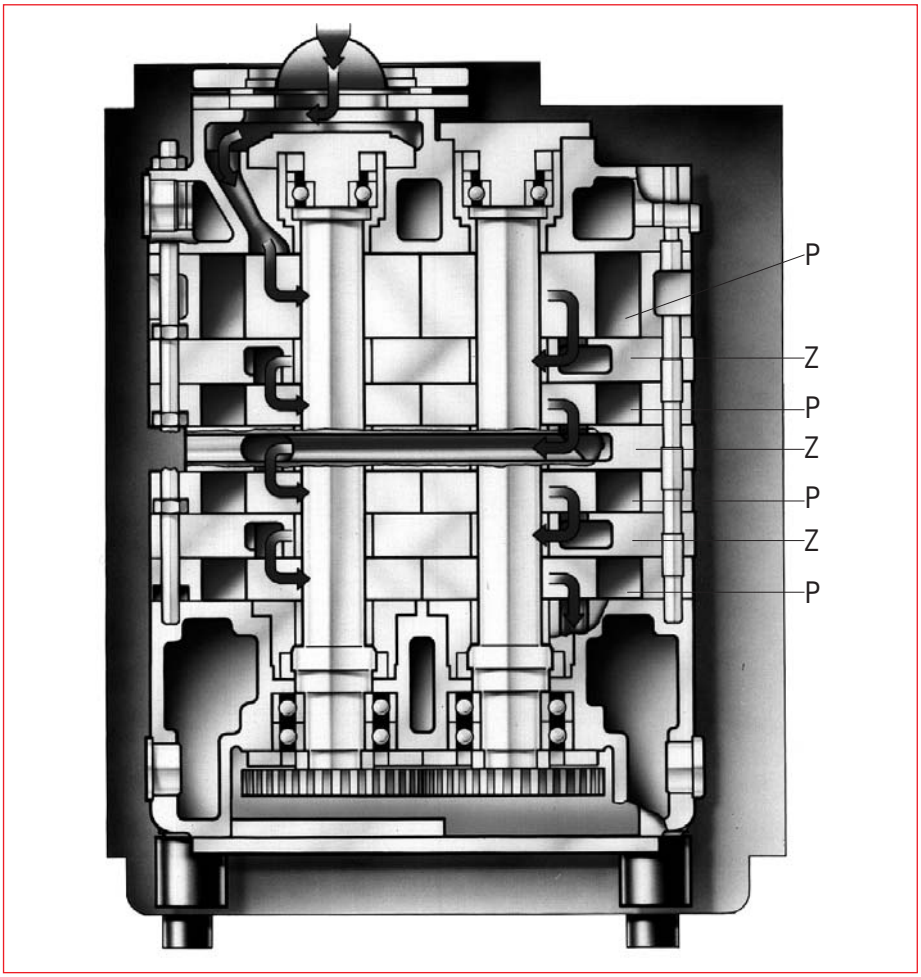


Abb. 2.21
Anordnung der Stufen und Führung des Gasstroms. P = Pumpstufe Z = Zwischenring

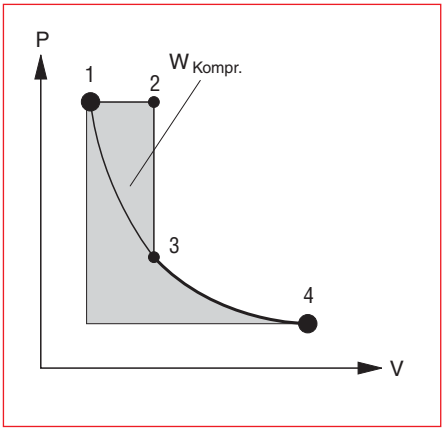


Abb. 2.22
Verdichtung einer Klauenpumpe mit innerer Verdichtung

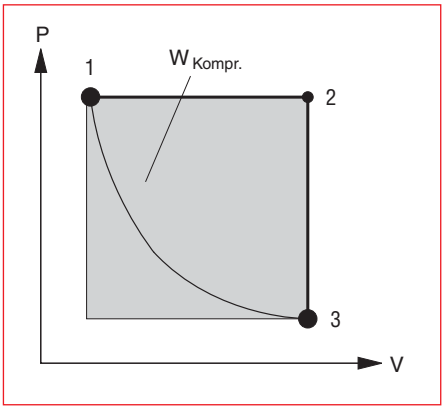


Abb. 2.23
Verdichtung einer Klauenpumpe ohne innere Verdichtung („isochore Verdichtung“)

Mechanische Vakuumpumpen

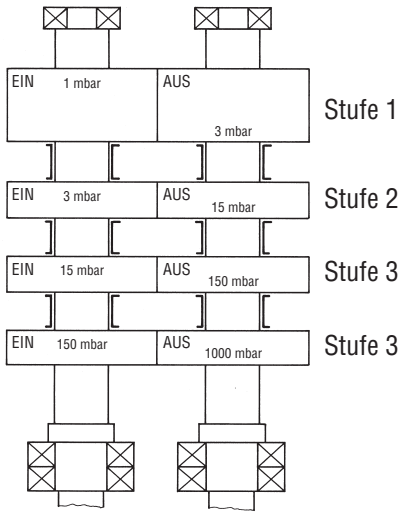


Abb. 2.24
Druckverhältnisse in den Pumpstufen 1 bis 4

1 Ansaugstutzen, 2 Bedienungspult / Betriebselektronik, 3 Hauptschalter

Abb. 2.25
DRYVAC-Pumpe

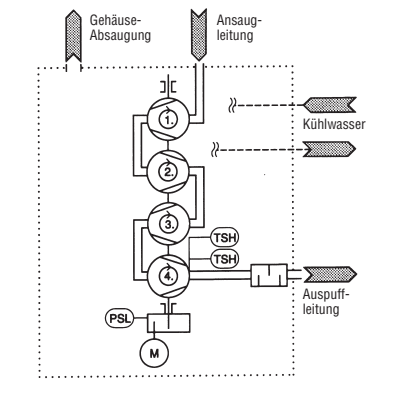


Abb. 2.26a
Funktionsschema der DRYVAC B

Wellendichtring praktisch hermetisch abgetrennt. Die Lager in der oberen Endscheibe sind PFPE-fettgeschmiert. Zum Schutz der Lager und Wellendichtringe vor aggressiven Stoffen ist eine Sperrgaseinrichtung vorgesehen. Eine regulierbare Wasserkühlung ermöglicht die Prozeßführung beim Durchfluten der Pumpe über die Gehäusetemperatur in weiten Grenzen zu beeinflussen. Der 4-stufige Aufbau steht in mehreren Saugvermögens- und Ausrüstungsabstufungen von 25, 50 und 100 m³/h als DRYVAC-Reihe zur Verfügung:

a) als Basisversion für nicht aggressive, saubere Prozesse werden angeboten: DRYVAC 25 B, 50 B und 100 B (Abb. 2.26a)

b) als Version für Halbleiterprozesse: DRYVAC 25 P, 50 P und 100 P (Abb. 2.26b)

c) als Systemversion mit integrierter Selbstüberwachung: DRYVAC 50 S und 100 S (Abb. 2.26c)

d) als Systemversion mit integrierter Selbstüberwachung mit vergrößertem Saugvermögen im unteren Druckbereich: DRYVAC 251 S und 501 S

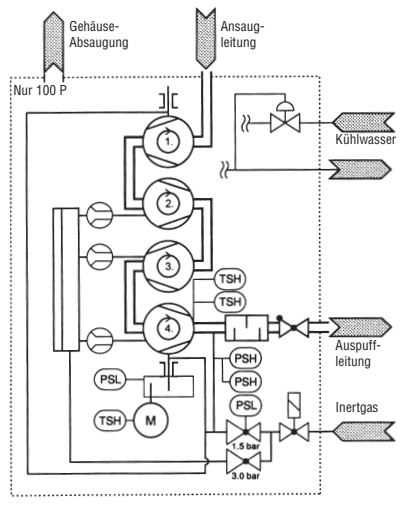


Abb. 2.26b
Funktionsschema der DRYVAC P

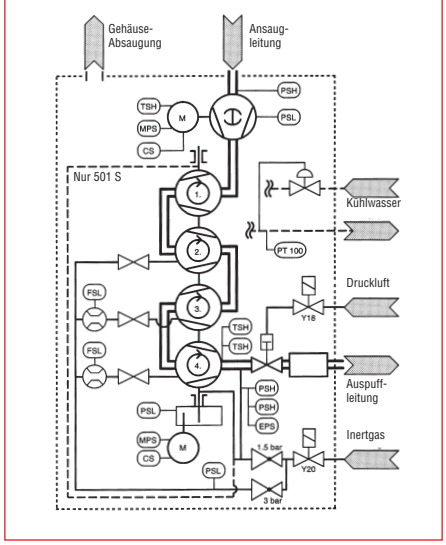


Abb. 2.269c
Funktionsschema der DRYVAC S

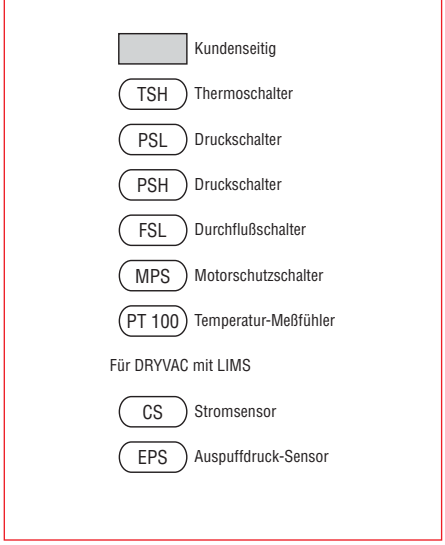


Abb. 2.26d
Legende zu den Abbildungen 2.29a – 2.29c

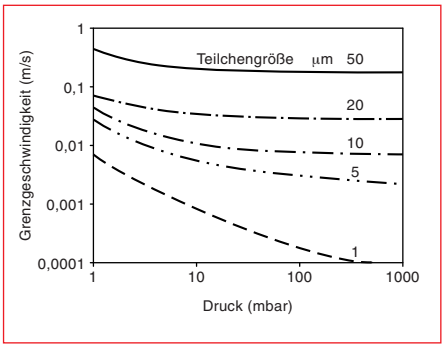


Abb. 2.27
Sinkgeschwindigkeit in Abhängigkeit vom Druck p. Parameter: Teilchengröße

Der mit der DRYVAC 251 S bzw. 501 S erzielbare Enddruck wird gegenüber den Versionen ohne integrierte Wälzkolbenpumpe um etwa eine Zehnerpotenz von etwa $2 \cdot 10^{-2}$ mbar auf $3 \cdot 10^{-3}$ mbar abgesenkt und die erzielbare Saugleistung deutlich erhöht. Natürlich können auch auf die übrigen DRYVAC-Modelle LEYBOLD-RUVAC Pumpen direkt aufgeflanscht werden (in Halbleiterprozessen meist ebenfalls mit PFPE-Ölfüllung der Getrieberäume).

Die Pumpen der DRYVAC-Familie, der klassischen trockenverdichtenden Klauenvakuumpumpen, werden bevorzugt in der Halbleiterindustrie eingesetzt, wobei eine Reihe von besonderen Ansprüchen an die Funktion erfüllt sein muß: Auch in Halbleiterprozessen ist, wie bei vielen anderen vakuumtechnischen Applikationen, die Bildung von Festkörperteilchen und Stäuben während des Prozesses und/oder im Laufe der Kompression der zu fördernden Stoffe auf Atmosphärendruck innerhalb der Pumpe nicht zu vermeiden. Bei Vakuumpumpen die nach dem Klauenprinzip arbeiten, besteht die Möglichkeit mit Hilfe der sogenannten pneumatischen Förderung die Teilchen durch die Pumpe hindurchzutransportieren. Dadurch kann ein Abscheiden von Teilchen verbunden mit einem Aufwachsen von Schichten innerhalb der Pumpe und das mögliche Festlaufen der Klauenrotoren verhindert werden. Man hat darauf zu achten, daß die Strömungsgeschwindigkeit des Gasstromes durch die einzelnen Pumpstufen stets größer gehalten wird als die Sinkgeschwindigkeit der im Gasstrom mitgerissenen Teilchen. Wie aus Abb. 2.27 zu entnehmen ist, hängt die Sinkgeschwindigkeit der Teilchen stark von ihrer Größe ab. Die durchschnittliche Strömungsgeschwindigkeit des Gases während der Kompressionsphase wird durch folgende Gleichung wiedergegeben:

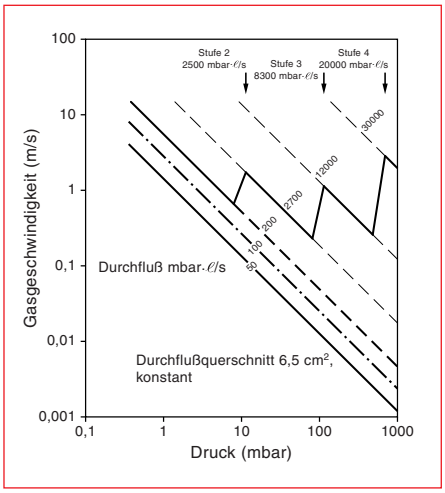


Abb. 2.28
Mittlere Gasgeschwindigkeit v_g während der Kompression ohne Spülgas (links) und mit Spülgas (rechts) in den Stufen 2, 3 u. 4

$$v_{Gas} = \frac{q_{pV}}{p \cdot A} \cdot \frac{mbar \cdot \ell \cdot s^{-1}}{mbar \cdot cm^2} = \frac{10 \cdot q_{pV}}{p \cdot A} \cdot \frac{m}{s} \qquad (2.22)$$

q_{pV} = Gasmengendurchfluß, p = Druck, A = Fläche

Man sieht, daß sich mit steigendem Druck die Stömungsgeschwindigkeit des geförderten Gases verlangsamt und größenordnungsmäßig gleich der Sinkgeschwindigkeit der Teilchen im Gasstrom wird (Abb. 2.28). Das heißt, die Gefahr der Abscheidung von Teilchen im Arbeitsraum der Pumpe und die daraus resultierende Funktionsstörung wächst mit steigendem Druck. Parallel dazu wird mit zunehmender Kompression eine mögliche Partikelbildung aus der Gasphase heraus eintreten. Um die Größe dieser sich bildenden Partikel und damit auch ihre Sinkgeschwindigkeit klein, und die Durchflußgeschwindigkeit des Gases groß zu halten, führt man der Pumpe (als Spülgas) eine zusätzliche Gasmenge über die einzelnen Zwischenscheiben zu. Dabei wird die einströmende Spülgasmenge auf die jeweiligen Druckverhältnisse in den einzelnen Pumpstufen abgestimmt (siehe Abb. 2.28). Durch diese Maßnahme ist es möglich, die Gasgeschwindigkeit hoch genug zu halten und durch die ganze Pumpe eine sogenannte pneumatische Förderung aufrecht zu erhalten. Durch die Art der Gasführung innerhalb der Pumpe, vom Saugstutzen über die jeweiligen vier Pumpstufen mit den dazugehörigen vier Zwischenstufen bis zum Auspuff, kann der Einfluß des Spülgases auf den Enddruck auf ein Minimum reduziert werden. Testergebnisse (Abb. 2.29) zeigen, daß der Einfluß von Spülgas in der vierten Stufe auf den Enddruck erwartungsgemäß am geringsten ist, da sich zwischen dieser und der Saugseite die drei anderen Pumpstufen befinden. Doch auch eine Spülgaszugabe über die zweite und dritte Stufe ist von vergleichsweise geringem Einfluß auf den Enddruck, wie man auch aus dem Vergleich der Saugvermögenskurven in Abb. 2.30 entnehmen kann. Abschließend kann man sagen, daß bei den meisten CVD-Prozessen mit der Bildung von Partikeln gerechnet werden muß. Setzt man trockenlaufende Vakuumpumpen nach dem Klauenpumpenprinzip ein, ist zur Verhütung von Festkörperabscheidungen innerhalb der Pumpe die dosierte Spülgaszugabe über die einzelnen Zwischenscheiben die Methode der Wahl. Bei Anwendung dieser Methode resultieren mehrere Effekte:

- Die Spülgaszugabe verdünnt das gepumpte Stoffgemisch, partikelbildende Reaktionen laufen nicht ab oder werden zumindest verzögert

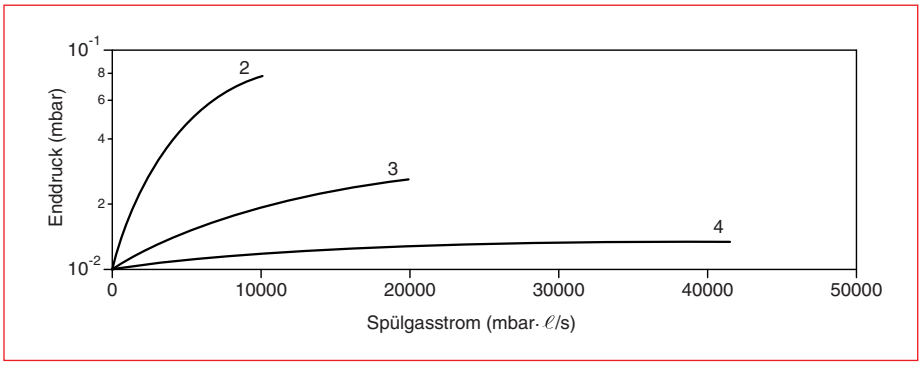


Abb. 2.29
Enddruck der DRYVAC 100S in Abhängigkeit vom Spülgasstrom in den Stufen 2 – 4

Mechanische Vakuumpumpen

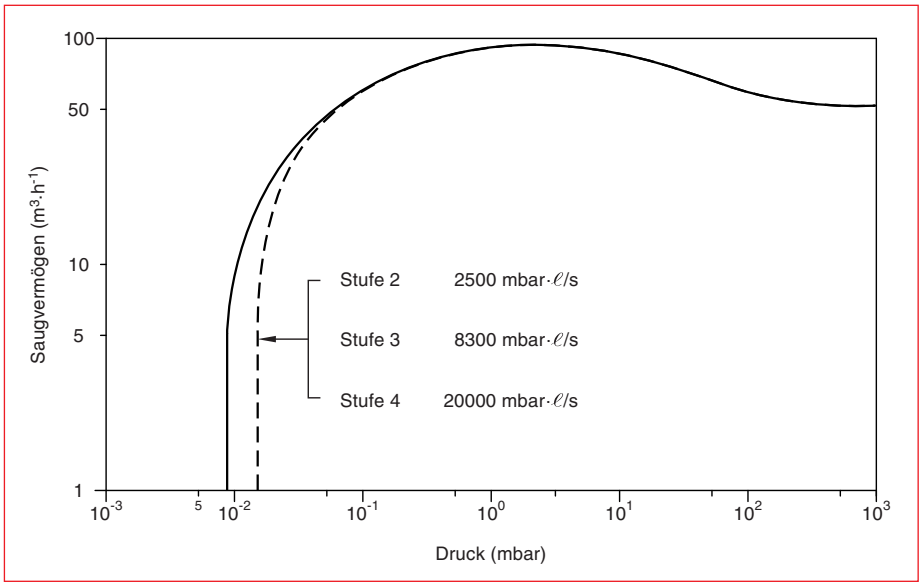


Abb. 2.30
Saugvermögen mit und ohne Spülgas

- Explosionsrisiken durch selbstentzündliche Stoffe werden deutlich herabgesetzt
- Gebildete Teilchen werden pneumatisch durch die Pumpe transportiert
- Verluste an Saugvermögen und eine Verschlechterung des Enddruckes können durch eine spezielle Art der Gasführung sehr klein gehalten werden.

2.2.1.2 Klauenpumpen ohne innere Verdichtung für die Chemie („ALL·ex“)

Für die chemische Industrie ist beim Einsatz von Vakuumpumpen von Bedeutung, daß eine hohe Betriebssicherheit erreicht wird, ohne daß Abfallstoffe wie kontaminiertes Altöl oder Abwasser entstehen. Gelingt das, sind die Betriebskosten einer solchen Vakuumpumpe bezüglich zu treffender Umweltschutzmaßnahmen (z.B. Abwasser- und Altölentsorgung) gering. Für den Betrieb der einfach aufgebauten und robusten „ALL·ex“ gibt es weder eine Begrenzung der abzupumpenden Dampfmengenströme, noch eine Einschränkung des Druckbereiches bei Dauerbetrieb. Die „ALL·ex“ kann im gesamten Druckbereich von 5 bis 1000 mbar ohne Einschränkungen eingesetzt werden.

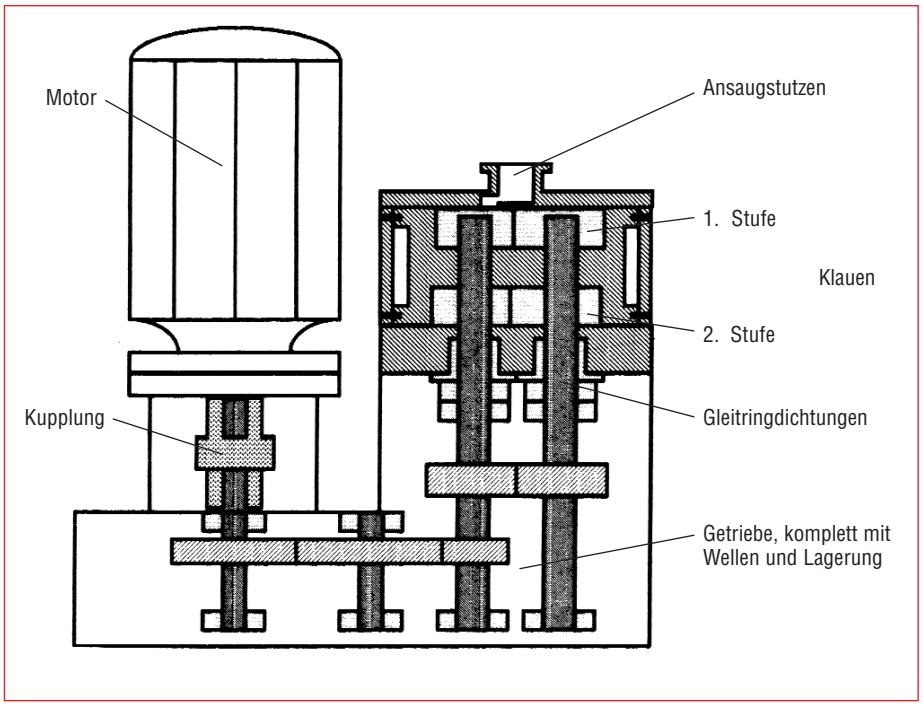


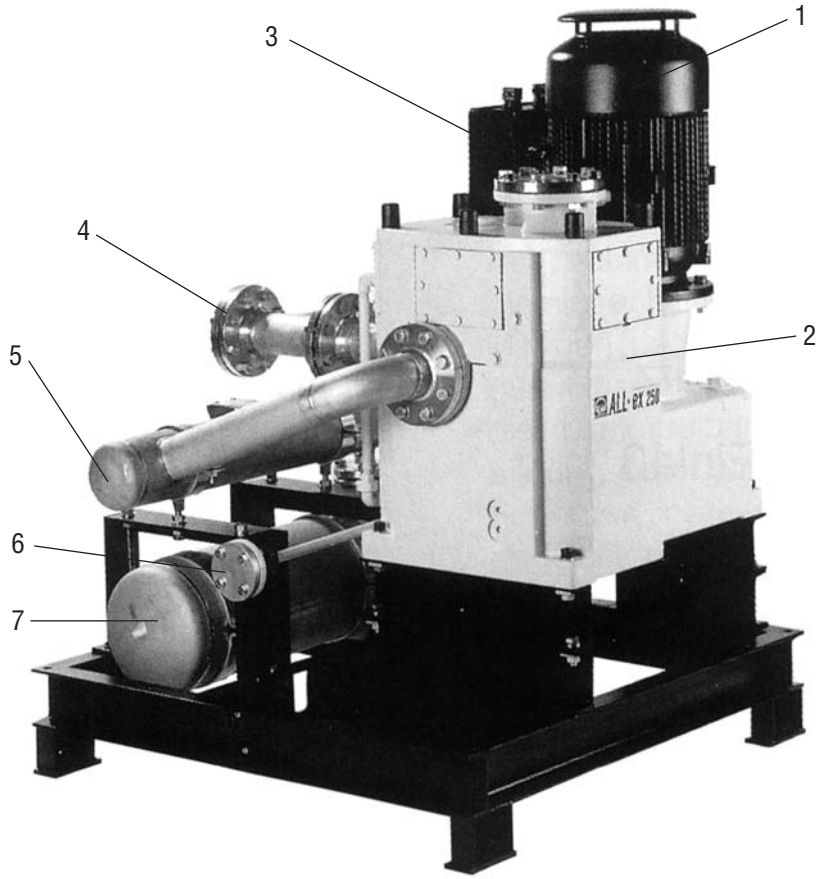
Abb. 2.31
Einfacher Aufbau der trocken laufenden Pumpe „ALL·ex“

Aufbau der ALL·ex-Pumpe:
Ein Schema des zweistufigen Aufbaues der ALL·ex zeigt Abb. 2.31. Die beiden senkrecht angeordneten Stufen werden von oben nach unten durchströmt, um die Ausförderung von gebildeten Kondensaten und von Spülflüssigkeiten zu erleichtern bzw. überhaupt zu ermöglichen. Das Pumpengehäuse ist wassergekühlt und ermöglicht die Kühlung der ersten Pumpenstufe. Eine gedichtete Verbindung zwischen Gasraum und Kühlkanal gibt es nicht, so daß das Eindringen von Kühlwasser in den Schöpfraum ausgeschlossen ist. Die druckstoßfeste Ausführung des gesamten Aggregates unterstreicht das Sicherheitskonzept im Hinblick auf den inneren Explosionsschutz, dem auch durch die direkte Kühlung mit Kaltgas besonderes Augenmerk geschenkt wurde (siehe auch Funktionsprinzip). Eine Besonderheit der „ALL·ex“ besteht darin, daß die beiden Wellen ausschließlich im Getriebe gelagert sind. Auf der Schöpfraumseite sind die Wellen frei (fliegende Lagerung). Dieser einfache Aufbau ermöglicht es dem Anwender, sowohl die Demontage als auch die Reinigung beim Service des Trockenläufers ohne Spezialwerkzeug in kurzer Zeit selbst durchzuführen.

Um die Abdichtung vom Prozeßmedium des Schöpfraumes zum Getrieberaum zu gewährleisten, ist die Wellenabdichtung als Gleitringdichtung ausgeführt, einem in der Chemie bewährten Dichtungskonzept. Dieses ist in der Lage, Flüssigkeiten gegen Flüssigkeiten abzudichten, wodurch die Pumpe spülbar und unempfindlich gegen gebildete Kondensate wird. Abb. 2.32 zeigt den Lieferumfang der ALL·ex-Pumpe mit Gaskühler und Vorlage.

Funktionsprinzip
Die isochore Verdichtung, die auch der Begrenzung der Verdichtungsendtemperatur, besonders in der atmosphärenseitigen Stufe, zur Sicherstellung des inneren Explosionsschutzes dient, erfolgt durch Belüften des Schöpfraumes mit Kaltgas aus ei-

Mechanische Vakuumpumpen



1 Motor
2 Pumpe
3 Ansaugstutzen
4 Auspuffstutzen
5 Auspuffkühler
6 Kühlwasseranschluß
7 Kühlervorlage

Abb. 2.32
„ALL·ex"-Pumpe

nem geschlossenen Kühlgaskreislauf (Abb. 2.33). Abb. 2.34-1 verdeutlicht den Beginn des Ansaugvorganges mit dem Öffnen des Ansaugschlitzes durch die Steuerkante des rechten Rotors. Das Prozeßgas strömt dabei in den sich vergrößernden Ansaugraum. Das Ansaugen wird durch das Druckgefälle bewirkt, das durch die Volumenvergrößerung des Schöpfraumes erzeugt wird. Das maximale Volumen des Schöpfraumes ist nach etwa einer ¾-Umdrehung der Rotoren erreicht (Abb. 2.34-2). Nach Ende des Ansaugvorganges gibt die Steuerkante des linken Rotors den Kaltgaseinlaß und gleichzeitig die Steuerkante des rechten Rotors erneut den Ansaugschlitz frei (Abb. 2.34-3). In Abb. 2.34-4 beendet die Steuerkante des linken Rotors das Ausfördern des mit Kaltgas auf 1000 mbar verdichteten Gases; gleichzeitg beendet die Steuerkante des rechten Rotors wieder einen Ansaugvorgang.

Die Gesamtemission der Anlage wird durch die großen Kaltgasmengen nicht vergrößert, da ein geschlossener Kühlkreislauf in Form eines extern angeordneten Gaskühlers und Kondensators installiert ist (Abb. 2.33). Das heiße Auspuffgas wird durch den Kühler geleitet und als Kaltgas für die Voreinlaßkühlung teilweise in die Pumpe zurückgeführt. Diese saugt sich dabei die zur Belüftung des Schöpfraumes notwendige Menge kalten Prozeßgases in den Verdichtungsbereich zurück. Dieser Vorgang hat aber keinen Einfluß auf das Saugvermögen der „ALL·ex", weil der Ansaugvorgang bei Beginn der Belüftung bereits beendet ist. Die Ausführung des Kühlers als Kondensator ermöglicht eine einfache Lösemittelrückgewinnung. Die direkte Gaskühlung, also die Belüftung des Schöpfraumes mit von außen zugeführtem Kaltgas (anstelle von heißem Auspuffgas) führt bei der „ALL·ex" zu so niedrigen Rotortemperaturen, daß Stoffgemische der ExT3-Klasse in jedem Betriebspunkt sicher abgepumpt werden können. Die „ALL·ex" erfüllt damit die Anforderungen der chemischen Industrie bezüglich des inneren Explosionsschutzes voll. Eine gewisse Flüssigkeitsverträglichkeit macht die „ALL·ex" spülbar, wodurch z.B. Belagbildung innerhalb der Pumpe vermieden bzw. bereits gebildete Beläge abgelöst werden können. Dabei werden Spülflüssigkeiten in der Regel

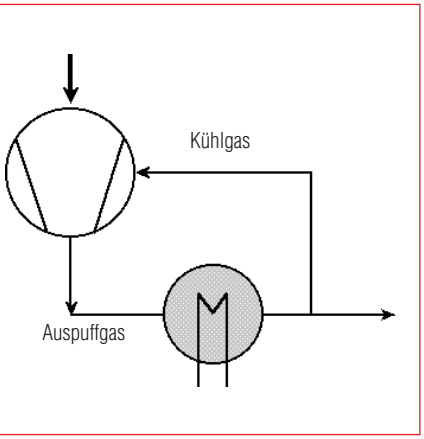


Abb. 2.33
Kaltgaskreislauf der „ALL·ex" mit Kühler / Kondensator auf der Auspuffseite

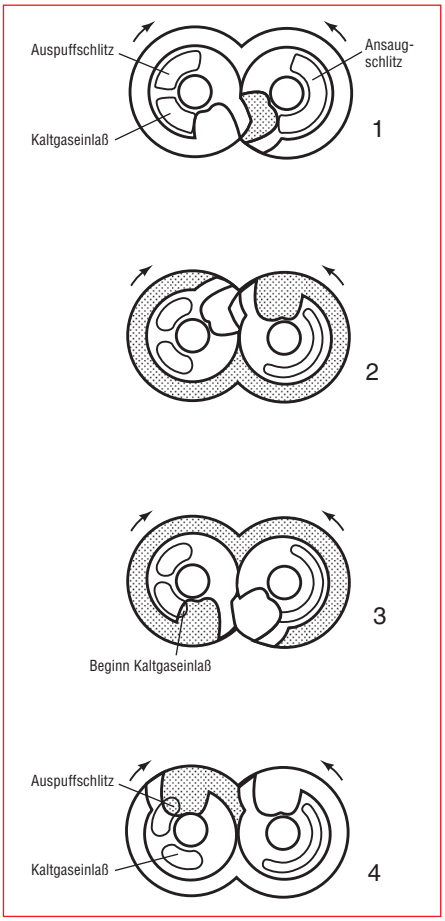


Abb. 2.34
Schematische Darstellung des Pumpprinzips einer ALL·ex Pumpe (Klauen-Vakuumpumpe ohne innere Verdichtung)

Mechanische Vakuumpumpen

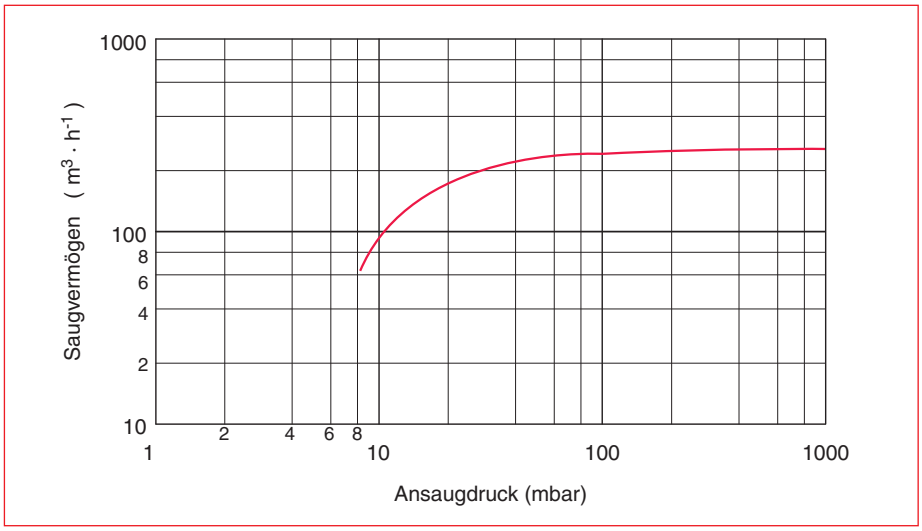


Abb. 2.35
Saugvermögenskurve einer ALL·ex 250

nach Prozeßende (Batch-Betrieb) oder während des Prozesses bei kurzem Ausblocken der Pumpe zugegeben. Die „ALL·ex“ kann aus Stillständen heraus selbst dann in Betrieb genommen werden, wenn Flüssigkeit den gesamten Schöpfraum füllt. Abb. 2.35 zeigt die Saugvermögenskurve einer ALL·ex 250. Diese Pumpe hat ein Nennsaugvermögen von 250 m³/h und einen Enddruck von < 10 mbar. Bei 10 mbar hat sie noch immer ein Saugvermögen von 100 m³/h. Der Dauerarbeitsdruck der Pumpe kann bis 1000 mbar betragen; ihre Leistungsaufnahme ist 13,5 kW.

Abb. 2.36
ScrewLine SP630 mit Rootsgebläse WAU 2001

2.2.2 Schraubenvakuumpumpen

Die jüngste Bauart der trockenverdichtenden Vorvakuumpumpen ist die Schraubenvakuumpumpe. Wie bei Roots- und Klauenpumpen wird der Arbeitsraum durch zwei synchronisierte Verdrängerrotoren und durch das Gehäuse gebildet. Im Gegensatz zur Klauenpumpe muß die Mehrstufigkeit jedoch nicht durch viele scheibenförmig aufeinander gesetzte Bauteile erkauft werden. Vielmehr ermöglicht ein Paar eng verzahnter rechts- und linksgängiger Gewinde mit sehr wenigen Bauteilen eine hohe Stufenzahl und damit niedrige Enddrücke zu erreichen.
Die Vorteile der Schraubenvakuumpumpe kommen durch Fortschritte in der Fertigungstechnologie der Rotoren zunehmend zum Tragen. Abb. 2.36 zeigt als Beispiel für eine moderne Schraubenvakuumpumpe die LEYBOLD ScrewLine SP630 mit angeflanschtem Rootsgebläse WAU 2001. Im Trend liegen Maschinen mit innerer Verdichtung, die auf möglichst geringe Lebenszykluskosten hin optimiert sind. Neben hoher Zuverlässigkeit sind dabei geringer Verbrauch von Strom, Öl, Kühlwasser und Sperrgas sowie lange Wartungsintervalle wichtig.
Schraubenpumpen werden schon länger in der Halbleiterindustrie und in der chemischen Industrie eingesetzt. Bedingt durch den wachsenden Kostendruck verdrängen sie aber auch in anderen industriellen Anwendungen nach und nach die Dreh- und Sperrschieberpumpen. Viele Hersteller von Vakuumpumpen haben inzwischen Schraubenvakuumpumpen im Programm. Offenbar setzt sich das Schraubenprinzip für trockenverdichtende Vorpumpen mit mittleren und höheren Saugvermögen durch.

Prinzip

Die Abb. 2.37 zeigt, wie durch die zwei Rotoren und das Gehäuse mehrere geschlossene Kammern entstehen, welche eine mehrstufige Verdichtung ermöglichen. Durch die gegensinnige Drehung der Rotoren bewegen sich die Kammern kontinuierlich von der Eintritts- zur Austrittsseite der Pumpe, wodurch eine pulsationsarme Gasförderung entsteht. Die Enddrücke liegen üblicherweise zwischen 10^{-4} mbar und 1 mbar. Typische Stufendruckverhältnisse liegen zwischen 5 und 15. Um das zu erreichen, muß das Profil eine geschlossene Dichtlinie zwischen den Rotoren gewährleisten. Das erreicht man beispielsweise durch ein modifiziertes Evolventenprofil, ähnlich wie es auch für Zahnräder verwendet wird. Schraubenvakuumpumpen ermöglichen eine nahezu kontinuierliche Gasförderung ohne Umlenkung des Gasstroms und können so auch Partikel und Flüssigkeiten gut transportieren. Deshalb sind sie auch für „harte“ Applikationen gut geeignet.
Wie bei anderen trockenverdichtenden (spaltgedichteten) Vakuumpumpen müssen auch bei der Schraubenmaschine sehr enge Spalte zwischen den Bauteilen realisiert werden. Ansonsten würden die vom Druckgefälle getriebenen inneren Leckagen auf Kosten von Saugvermögen und Enddruck zu groß werden. Außerdem würde sich die Maschine durch die in diesem Fall ungünstige thermodynamische Pro-

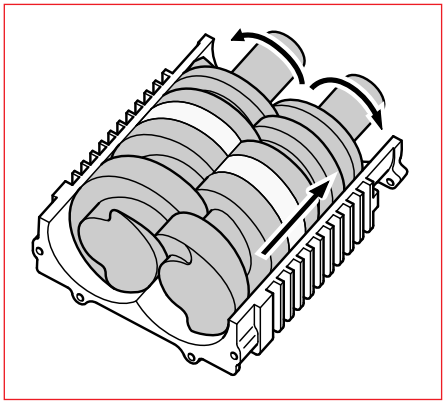


Abb. 2.37
Fördermechanismus einer Schraubenvakuumpumpe

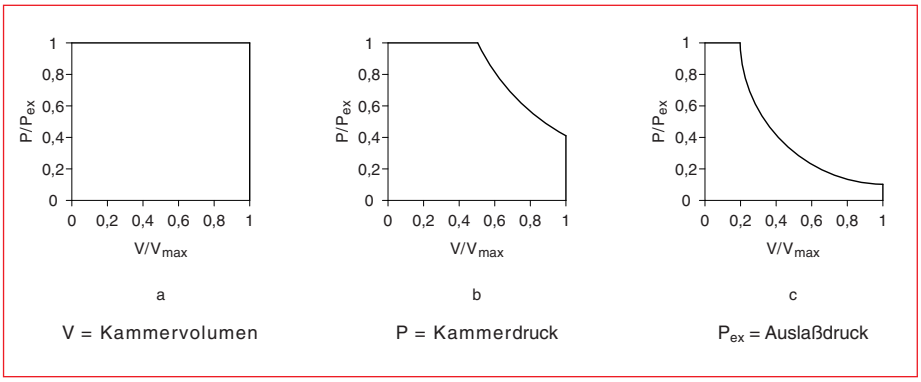


Abb. 2.38
p-V -Diagramm von Schraubenvakuumpumpen

Abb. 2.39
Rotorpaar der DuraDry

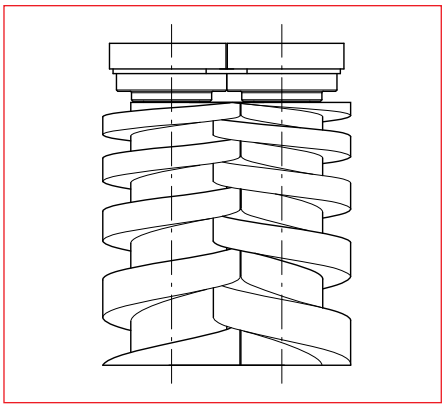


Abb. 2.40
Rotorpaar mit progressivem Steigungsprofil

zeßführung unzulässig erwärmen. Die Spalthöhen liegen im kalten Zustand zwischen 0,1 und 0,3 mm. Während des Betriebes können sie auch Werte unter 0,1 mm annehmen.

Den größten Anteil an der Spalthöhenänderung hat die Wärmedehnung der Bauteile. Um die Bauteiltemperaturen zu begrenzen, wird das Schöpfraumgehäuse meistens mit Wasser gekühlt. Mitunter werden auch die Rotoren selbst gekühlt: Beispielsweise durch Öl, das durch die Rotorwellen gepumpt wird und gleichzeitig die Lager und Zahnräder des Synchronisationsgetriebes der Pumpe schmiert (siehe Abb. 2.47d und 2.47e).

Eine weitere wichtige Möglichkeit, niedrige Temperaturen in der Vakuumpumpe zu erreichen, ist die „innere Verdichtung“. Bei einer Vorvakuumpumpe wird ein großer Teil der Verdichtungsarbeit erst beim Ausschieben gegen den Austrittsdruck, also in den letzten Stufen, geleistet. Deshalb wird das Gasvolumen bei Maschinen mit innerer Verdichtung bereits bei möglichst niedrigen Drücken deutlich verringert. Dadurch sinkt der Leistungsbedarf der Pumpe und es muß weniger Wärme abgeführt werden, wie man aus Abb. 2.38 sieht.

Abb. 2.38 zeigt das p-V -Diagramm von Schraubenpumpen: (a) ohne innere Verdichtung, (b) mit innerer Verdichtung gegen die Schöpfraumstirnseite und (c) durch Verkleinerung des Kammervolumens entlang des Rotors. Die im p-V- Diagramm eingeschlossene Fläche ist jeweils proportional zur technischen Arbeit W_{it}, die für ein Arbeitsspiel verrichtet werden muß, und damit auch zur Leistungsaufnahme der Pumpe.

Eine relativ einfache Möglichkeit, eine innere Verdichtung zu realisieren, ist die Verdichtung gegen die zum Teil geschlossene auspuffseitige Stirnseite des Schöpfraumes. In dieser Stirnseite befindet sich nur noch ein „Fenster“ zum Auspuff. Dieses wiederum stellt die Verbindung zur letzten Kammer erst her, wenn diese bereits deutlich verkleinert ist. Der Vorteil dieser Konstruktion ist, daß Rotoren mit konstanter Profilgeometrie verwendet werden können, die sich relativ einfach fertigen lassen. Leider ist dabei die innere Verdichtung nur schwach ausgeprägt, weil sie erst bei relativ hohen Drücken beginnt (s. Abb. 2.38b). Diese Art der inneren Verdichtung ist in der DuraDry realisiert (siehe Abb. 2.39).

Effizienter ist es, die Steigung oder die Gewindetiefe im Rotor von der Eintritts- zur Austrittsseite hin zu reduzieren und so das Kammervolumen bereits bei niedrigen Drücken zu verringern (s. Abb. 2.38c und 2.40). Auf diese Weise kann die Leistungsaufnahme der Schraubenpumpe auf das Niveau von Drehschieberpumpen gebracht werden (siehe Abb. 2.45). Die Herstellung der Rotoren wird in diesem Fall jedoch deutlich aufwendiger. Das gilt sowohl für die kontinuierliche Geometrieveränderung der Gewinde als auch für Rotoren, bei denen separat gefertigte Gewindeteile mit verschiedenen Kammervolumina zusammen montiert werden.

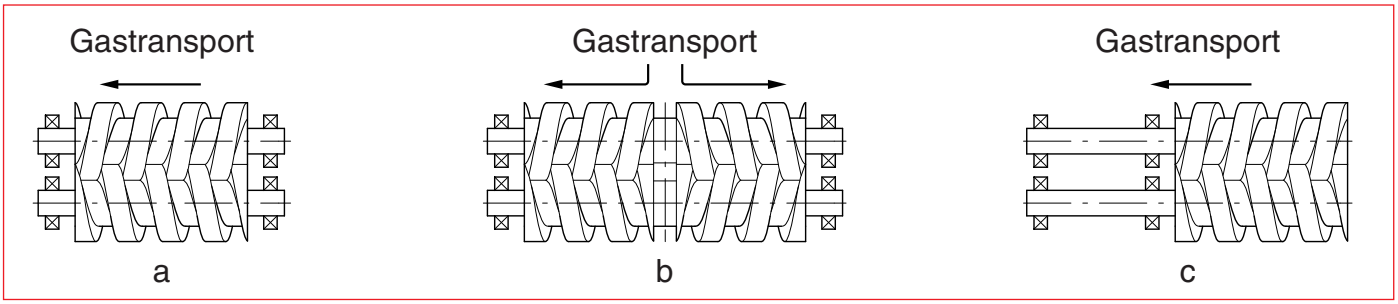


Abb. 2.41
Lagerungskonzepte von Schraubenvakuumpumpen

Mechanische Vakuumpumpen

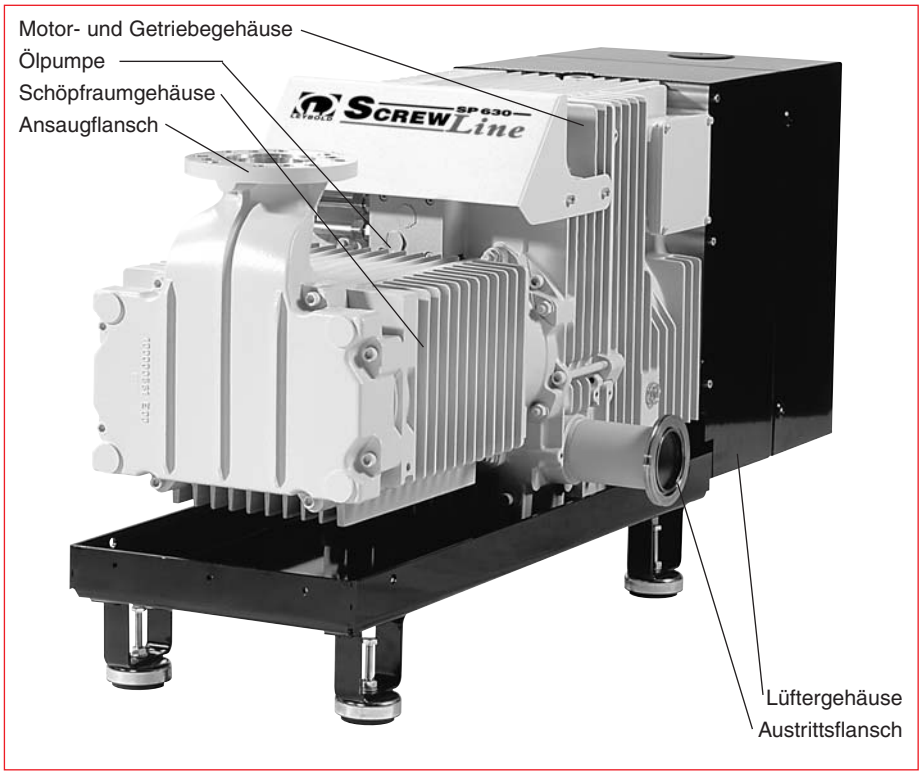


Abb. 2.42
ScrewLine SP630 ohne Verkleidung

Bauformen

Für Schraubenvakuumpumpen hat sich noch keine Bauform endgültig durchgesetzt. Nach dem Stand der Technik liegen die Rotordrehzahlen heute etwa zwischen 3000 und 10000 UpM. Bei den niederen Drehzahlen ist vorteilhaft, daß ein Direktantrieb möglich ist und viele Lagertypen eingesetzt werden können. Nachteilig sind die bei niederen Drehzahlen nötigen großen und somit teuren Rotoren.

Bei den hohen Drehzahlen liegen die Vorteile bei kleineren Rotoren und kleineren Spaltflächen und der damit verbundenen geringeren Leckage. Letzteres führt zu geringeren Anforderungen an die Genauigkeit der Rotoren. Gegen hohe Drehzahlen sprechen die hohen Anforderungen an die Lager und die Dichtungen sowie an das Auswuchten der Rotoren.

Abb. 2.41 zeigt die prinzipiellen Möglichkeiten zur Lagerung der Rotoren von Schraubenvakuumpumpen: (a) Konventionelle zweiseitige Lagerung, (b) zweiflutige Lagerung und (c) fliegende Lagerung. In den Fällen (b) und (c) befinden sich keine Lager auf der Vakuumseite der Rotoren.

Die Mehrzahl der zur Zeit produzierten Pumpen weist einflutige Rotoren mit Lagern und Dichtungen jeweils auf der Eintritts- und Austrittsseite auf (Abb. 2.41a). Dichtungen und Lager auf der Vakuumseite einer Pumpe sind jedoch stets problematisch. Zum einen können Schmiermittel aus dem Lager in den Vakuumprozeß gelangen, zum anderen gefährden aggressive Prozeßmedien die Lager. Diese Nachteile beseitigt die zweiflutige Lagerung der Rotoren mit dem Gaseintritt in der Rotormitte (Abb. 2.41b und 2.39, bzw. 2.47a).

Eine andere Möglichkeit, die saugseitige Lagerung zu umgehen, ist die „fliegende" Lagerung der Rotoren, wie sie in der ScrewLine SP630 von LEYBOLD (s. Abb. 2.41c und 2.42) verwirklicht wurde. Ein Vorteil dieser Anordnung besonders für Anwendungen mit hohem Schmutzanfall ist, daß der Schöpfraum ohne Lagerdemontage zugänglich wird. Diese Bauform kann nur durch eine besonders steife Konstruktion realisiert werden, was die Robustheit der Pumpe weiter erhöht. Kennzeichnend für die ScrewLine SP630 sind die fliegend gelagerten Schraubenrotoren. Wellendichtungen sind bei dieser Konstruktion nur auf der Gasaustrittsseite der Rotoren nötig. Durch die geringe Druckdifferenz zwischen Auspuff und Getriebe lassen sich einfache und betriebssichere Dichtungen verwenden.

2.2.2.1 Schraubenvakuumpumpen ScrewLine für industrielle Anwendungen

In vielen industriellen Vakuumanwendungen (z.B. Oberflächenbeschichtung, Metallurgie, Vakuumverpackung, Trocknungsprozesse usw.) sind ölgedichtete Vorvakuumpumpen Stand der Technik. Die bisher vorwiegend eingesetzten Dreh- und Sperrschieberpumpen zeichnen sich durch geringe Investitions- und Energiekosten sowie durch breitgestreute Erfahrungen in ihrer Anwendung aus. Der Trend zu trockenverdichtenden Lösungen wird in diesen Märkten vor allem von dem Wunsch nach Wegfall des Öls als Betriebsmittel getrieben. Dadurch können die Kosten für Wartung, Öl, Ölfilter, Ölentsorgung und Anlagenstillstand, die bei mehreren erforderlichen Ölwechseln im Jahr erheblich sind, größtenteils eingespart werden. Zusätzlich wirkt sich die Vermeidung von kontaminiertem Öl natürlich positiv auf die Umwelt aus.

Damit Schraubenvakuumpumpen als Alternative akzeptiert werden, dürfen sie für den Anwender keine wesentlichen Nachteile gegenüber den etablierten ölgedichteten Maschinen haben. Als besondere Anforderungen ergeben sich daraus:

- Niedrige Erstinvestition
- Hohe Robustheit
- Lange Wartungsintervalle
- Dauerbetrieb in allen Druckbereichen möglich
- Geringe Leistungsaufnahme
- Luft- und wassergekühlte Varianten verfügbar
- Niedriger Schallpegel
- Angepasstes Zubehörprogramm

Industrielle Schraubenvakuumpumpen wie die ScrewLine SP630 sind auf diese Anforderungen hin optimiert und ermöglichen es den Anwendern, die Lebenszykluskosten gegenüber ölgedichteten Systemen deutlich zu reduzieren. Die Abb. 2.42 zeigt den Aufbau der ScrewLine SP630, die nach diesen Gesichtspunkten entwickelt wurde.

Die Maschine weist zwei fliegend gelagerte Schraubenrotoren auf, die von sehr kräftig dimensionierten Wellen und Lagern geführt werden. Die beiden Wellendichtungen sind durch eine Kombination von

Abb. 2.43
Wärmetauscher (Standard-Luftkühlung) - leicht zugänglich, einfach zu reinigen

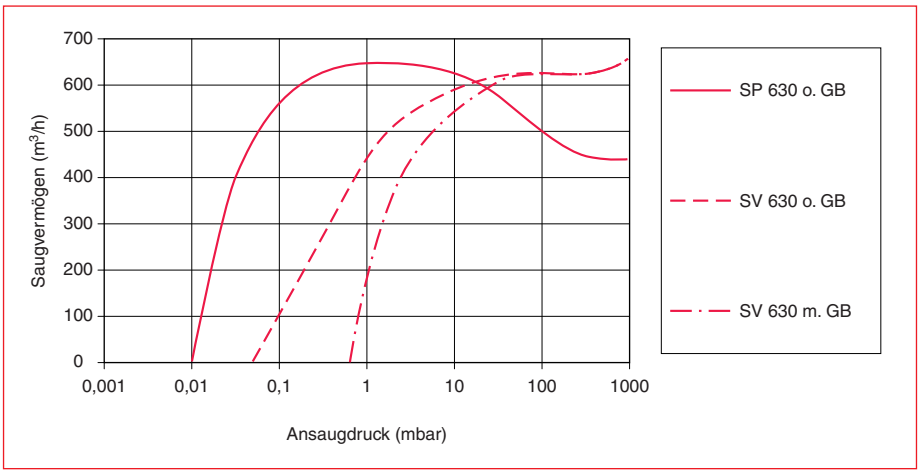


Abb. 2.44
Saugvermögensdiagramm von ScrewLine SP630 und SOGEVAC SV 630

Kolbenring- und Labyrinthdichtung berührungslos und somit verschleißfrei. Durch die Kolbenringdichtung werden die bei hohen Auspuffgegendrücken möglichen Gasleckagen gedrosselt. Durch die Labyrinthdichtung wird das Getriebeöl zurückgehalten. An die Dichtung kann im Bedarfsfall Sperrgas angeschlossen werden, wenn der Anwendungsprozeß dies erfordert.

Die ScrewLine SP630 wird über einen Drehstromasynchronmotor angetrieben, der auf einer dritten Welle sitzt. Diese Welle treibt die Ölpumpe (s. Abb. 2.42), den Lüfter (s. Abb. 2.43) und über eine Getriebestufe eine der Rotorwellen an. Die Betriebsdrehzahl der Rotorwellen ist 6000 UpM. Der Lüfter saugt Kühlluft durcheinen Ölkühler an und drückt sie über das stark verrippte Pumpengehäuse. Die Ölpumpe pumpt Öl aus dem Sumpf durch einen Filter und den Ölkühler in die Rotorwellen, von denen es auf die Zahnräder und die Lager gespritzt wird. Diese sehr effektive Rotorkühlung ermöglicht den Einsatz der Pumpe in einem weiten Bereich von Umgebungstemperaturen, ohne Kühlwasser oder Temperaturregelung zu benötigen. der Kühler ist sehr gut zugänglich und kann besonders leicht gereinigt werden (s. Abb. 2.43).

Abb. 2.44 zeigt die Saugvermögensdiagramme der Schraubenvakuumpumpe ScrewLine SP630 und der Drehschieberpumpe SOGEVAC SV 630 mit und ohne Gasballast bei 50 Hz. Die „füllige“ Saugvermögenskurve der ScrewLine SP630 ermöglicht den uneingeschränkten Ersatz von Drehschieberpumpen der gleichen Saugvermögensklasse. Durch den sehr niedrigen Enddruck und das hohe Saugvermögen bei niedrigen Drücken kann beim Einsatz einer ScrewLine SP630 in einigen Applikationen sogar auf die bislang notwendigen Rootspumpen verzichtet werden. Vorteilhaft wirkt sich im Vergleich zur Drehschieberpumpe außerdem aus, daß die Schraubenpumpe aufgrund der höheren Oberflächentemperaturen im Schöpfraum in vielen Applikationen ohne Gasballast betrieben werden kann.

Abb. 2.45 zeigt den Vergleich der Leistungsaufnahmen der Schraubenvakuumpumpe ScrewLine SP630 und der Drehschieberpumpe SOGEVAC SV 630 bei 50Hz. Die Leistungsaufnahmen der Drehschieberpumpe und der ScrewLine SP630 weisen nur geringe Unterschiede auf. Hierfür ist die hohe innere Verdichtung in der SP630 verantwortlich (vgl. Abb. 2.40).

Abb. 2.36 zeigt die ScrewLine SP630 mit Verkleidung und direkt angeflanschter Rootspumpe. Diese Pumpkombination ermöglicht eine sehr kompakte und kostengünstige Lösung für hohe Saugvermögen bis weit in den Feinvakuumbereich. Dabei liegt der Schallpegel der Schraubenpumpe unter dem von Drehschieberpumpen. Für die Anpassung der Pumpe an die Kundenanforderungen steht weiteres Zubehör wie Wasserkühlung, Staubfilter und Auslaßschalldämpfer zur Verfügung.

Alle für den Anschluß und die Wartung der Pumpe notwendigen Stellen sind von einer Seite zugänglich, wodurch hohe Flexibilität bei der räumlichen Installation der Pumpe gegeben ist (s. Abb. 2.42 und 2.43). Die Wartung beschränkt sich bei den meisten Applikationen auf eine regelmäßige Kontrolle der Pumpe (Sichtkontrolle, Ölstand) und den jährlichen Wechsel von Getriebeöl und Ölfilter. Die Vakuumpumpe ScrewLine SP630 erhöht also die Verfügbarkeit einer Anlage im Vergleich mit ölgedichteten Vorpumpen, bei denen mitunter mehrere Ölwechsel pro Jahr nötig sind. Nicht zuletzt dieser Vorteil macht die ScrewLine SP630 zu einer interessanten trockenverdichtenden Alternative für große Dreh- und Sperrschieberpumpen in industriellen Applikationen. Die Schraubenvakuumpumpe ent-

Mechanische Vakuumpumpen

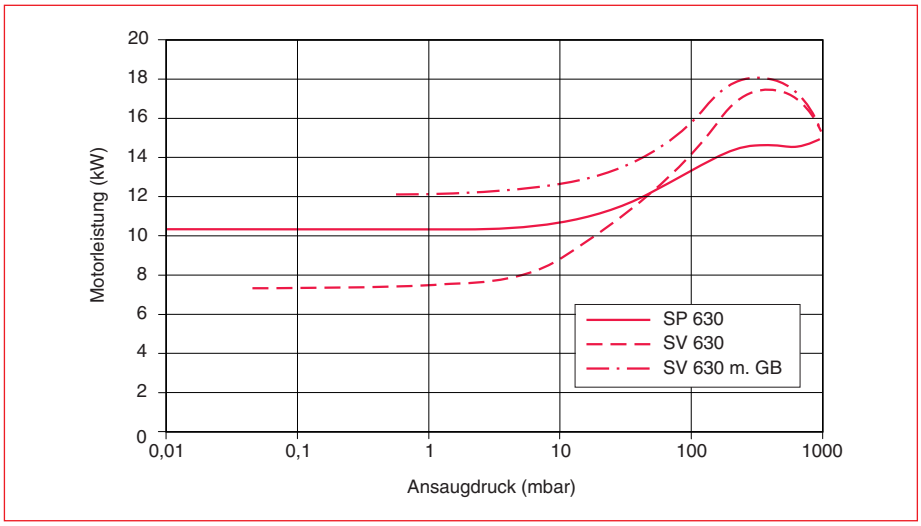


Abb. 2.45
Antriebsleistung von ScrewLine SP630 und SOGEVAC SV 630

wickelt sich dank ihres einfachen Aufbaus und ihrer gezielten Weiterentwicklung mehr und mehr zu einer Standardlösung für viele Bereiche der Vakuumtechnik.

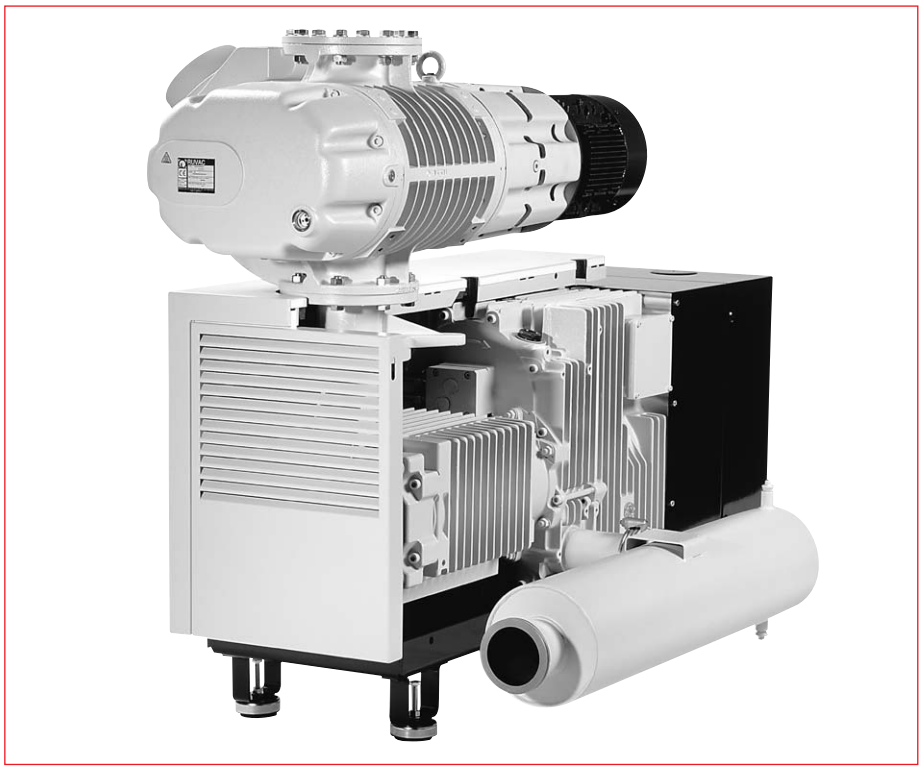


Abb. 2.46
ScrewLine SP630 mit Rootsgebläse WAU 2001

2.2.2.2 Schraubenpumpen für die Halbleiterproduktion (DuraDry)

Seit einigen Jahren werden in der Halbleiterindustrie erfolgreich Schraubenpumpen eingesetzt. Die Leybold Produkte für diese Anwendung bilden die DuraDry Familie. Darin ist die DuraDry 105 die Basis-Schraubenpumpe. Die Duradry's 605 und 1205 sind mit Rootspumpen WS 501 bzw. WS 1001 ausgerüstete DuraDry's 105. Abb. 2.48 zeigt eine DuraDry 105.
Die DuraDry hat ein neues, innovatives Design: Sie ist eine einstufige, zweiflutige Doppelschraubenpumpe aus Grauguß. Wegen der konstanten Profilgeometrie der Rotoren entsteht die innere Verdichtung der DuraDry erst im „allerletzten Kammervolumen" bevor das Gas in den Auspuff entlassen wird und nicht während des Gastransport längs der Schrauben. Ein Rotorpaar der DuraDry 105 ist in Abb. 2.38 dargestellt.
In der Halbleiterproduktion sind die wichtigsten Anforderungen an die Pumpen:

- Kurze Gaswege mit wenig Umlenkungen innerhalb der Pumpe und einstellbare Spülgasanschlüsse um die Partikelablagerungen zu minimieren.
- Einstellbare Temperaturen aller mit Prozessgas in Berührung kommender Teile (Pumpe und Auspuff) zur Vermeidung von Kondensation.
- Keine axialen Kräfte und exzellente Kühlungs- und Dichtungsmechanismen an den Lagern zur Verlängerung der Lebensdauer.

Einige, durch das ganz besondere Design der DuraDry entstandene Vorteile beim Betrieb der DuraDry, werden in der folgenden Reihe von Skizzen a - e in Abb. 4.47 näher beleuchtet.

Abb. 2.48
DuraDry 105

Mechanische Vakuumpumpen

Kurzer Gasweg

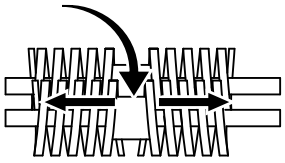


Abb. 2.47a

Gasfluß

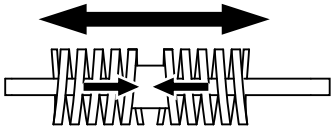


Abb. 2.47b

Kolbenringdichtung

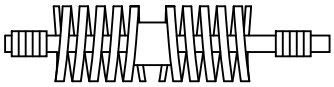


Abb. 2.47c

Ölgeschmiertes Lager

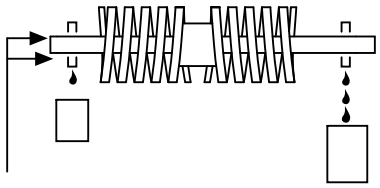


Abb. 2.47d

Ölgekühlte Rotoren

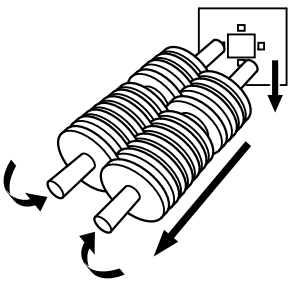


Abb. 2.47e

Abb. 2.47 a-e
Konstruktive Merkmale der DuraDry

Mit Partikeln beladenes, reaktives Prozessgas wird in der Mitte der Rotoren angesaugt und zu den beiden seitlichen Enden gepumpt. Dadurch ist der Weg der Partikel bis zum Auspuff nur die halbe Rotorlänge und die Zeit, in der das reaktive Gas heiße Metallflächen berührt, ist nur halb so lange wie in konventionellen Schraubenpumpen.

Durch das zweiflutige Design heben sich die axialen, Kräfte durch die Gaskompression, in einfach gestützten Wellenlagern gegenseitig auf.

Zusätzlich zu den Spülgasanschlüssen für das Prozeßgas hat die DuraDry einen Stickstoff gespülten Kolbenringdichtungsmechanismus bei Atmosphärendruck, der ohne Verschleißteile eine ausgezeichnete Abdichtung zwischen Öl und Vakuum bewirkt.

Durch die ölgeschmierten Lager wird kontinuierlich PFPE Schmiermittel gepumpt: durch Meßeinrichtungen zu jedem Lager die richtige Menge.

Durch die Rotoren fließt Öl, daß heiße Stellen eliminiert und die Temperatur reguliert. Dazu wird kaltes Öl wird durch die Welle gepumpt um die Temperatur zu regulieren. Das Öl trifft dann erwärmt auf die wassergekühlte Endplatte und fließt als kühleres Öl wieder zurück in den Ölsumpf, wo der Kreislauf wieder beginnt.

Abb. 2.48
Handsteuerung

Ein ausgeklügeltes Ölverteilungssystem besorgt das Kühlen der Rotoren, die Einhaltung einer optimale Pumpentemperatur und auch die Schmierung der Lager zum Erreichen einer maximalen Lagerstandzeit. Zusätzlich wird die Kühlung von Pumpenkörper und Motor durch ein Wasserkühlungssystem sichergestellt. Ein mikroprozessorgesteuerter Schaltkreis kontrolliert die Pumpentemperatur. Um die Pumpenparameter anzuzeigen, ist die DuraDry mit den nötigen Sensoren und der Elektronik ausgerüstet, um sie in das WaferSafer Pumpenkommunikationsnetz von Leybold zu integrieren. Dieses Interface kann nach den neuesten Kommunikationsprotokollen mit allen Prozeßgruppen kommunizieren. Abb. 2.48 zeigt das Handsteuerungsteil für die lokale Kontrolle und das Auslesen von Parametern. Außerdem ist es mit den üblichen Schnittstellen für Prozeßgruppen ausgerüstet und kann vom Benutzer leicht adaptiert werden. Abb. 2.49 zeigt den Aufbau einer DuraDry 605 mit offenen Seitenwänden.

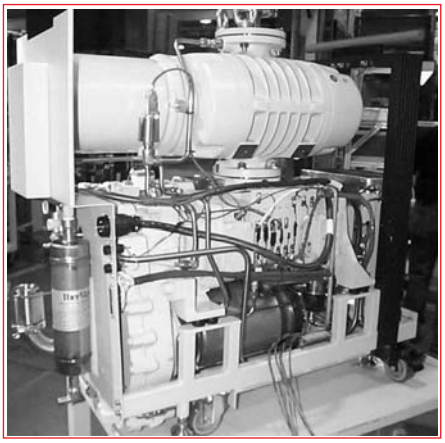


Abb. 2.49
DuraDry 605 / WS 501

Mechanische Vakuumpumpen

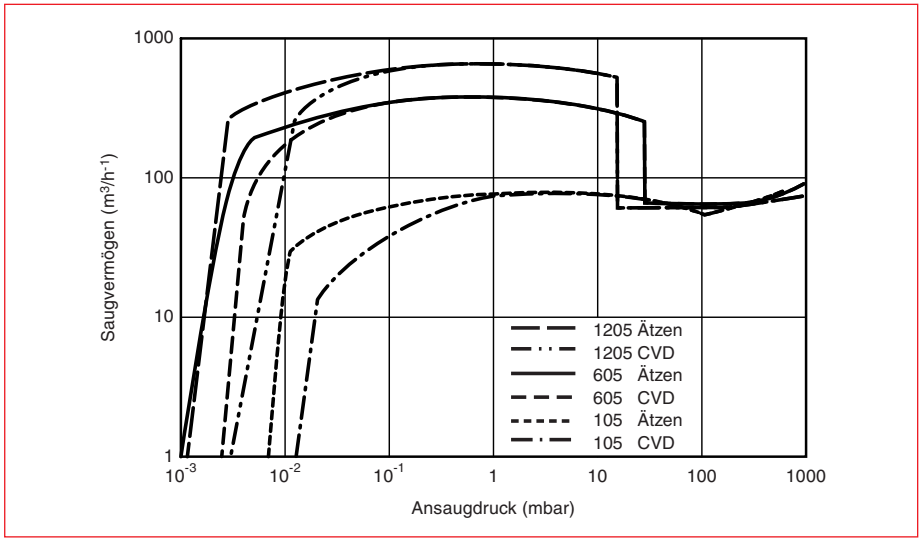


Abb. 2.50
Saugvermögenskurve der DuraDry Pumpen

Eine Reihe zusätzlicher Optionen erlaubt es, die DuraDry in schwierigen Prozessen ohne Bildung von Kondensat oder Ablagerungen im Inneren einzusetzen.

- Die Stickstoffspüleinrichtung bewirkt einen hohen Spülgasdurchfluß (100 bis 150 slm) durch die Auspuffeinrichtung der DuraDry um Prozeßpartikel nach draußen zu spülen. Drücken der Spül-Taste startet eine fünf minütige Spülung. Das Menü der Handsteuerung erlaubt Dauer und Wiederholfrequenz automatischer Spülungen einzustellen.
- Mit der einstellbaren Heizung für die Auspuffeinrichtung können dort Partikelablagerungen verhindert werden. Sie regelt die Temperatur der Auspuffeinrichtung auf 110 °C (±10%). Die Option enthält einen analogen Sensor für die Auspufftemperatur.
- Die MOCVD Option für niedere Temperatur benützt einen zusätzliche Wärmetauscher um die Betriebstemperatur der Pumpe weiter zu verringern. (MOCVD steht für Metall-Organisch-Chemische-Dampf-Abscheidung).
- Der Sicherheitsspülgasschalter erinnert den Benutzer, wenn der Spülgasdurchfluß zu gering ist (< 25 slm) um pyrophorische Prozeßgase „sicher“ zu verdünnen.
- Nicht zuletzt, HF-kompatible Auspuff-rückschlagventil mit Teflon/Metall Kugel für Prozesse mit NF_3 Kammerreinigung.

Technische Daten:

DuraDry 105

Saugvermögen 88 m³/h bei 50 Hz, Enddruck < 6 · 10^{-3} Torr

Saugvermögen 105 m³/h bei 60 Hz, Enddruck < 5 · 10^{-3} Torr

DuraDry 605 (WS 501)

Saugvermögen 420 m³/h bei 50 Hz, Enddruck < 6 · 10^{-4} Torr

Saugvermögen 500 m³/h bei 60 Hz, Enddruck < 5 · 10-4 Torr

DuraDry 1205 (WS1001)

Saugvermögen 750 m³/h bei 50 Hz, Enddruck < 6 · 10^{-4} Torr

Saugvermögen 900 m³/h bei 60 Hz, Enddruck < 5 · 10^{-4} Torr

Das Diagramm in Abb. 2.50 zeigt die Saugvermögenskurven der DuraDry Familie, einschließlich der Schleusenanwendung (ohne Spülgas), welche im Prinzip die gleichen sind, wie für die Ätzanwendung der DuraDry 105.

Die Pumpe wird von einem 3-Phasen Induktionsmotor mit 5 / 7,7 / 9.5 kW entsprechend der DuraDry 105 / 605 / 1205 angetrieben. Das Diagramm in Abb.2.51 zeigt die typische Leistungsaufnahme der verschiedenen DuraDry Modelle.

Als letztes soll der Aluminium-Ätzprozeß als Beispiel für einen gut bekannten Prozeß betrachtet weder:

Wir haben folgende Prozeßgase:
Al_2Cl_6, Cl_2, BCl_3, HCl und N_2
und die Nebenprodukte:
Al_2Cl_6, Cl_2, BCl_3, BOCl und HCl.

Die chemischen Reaktionen sind:
2 Al(f) + 3 Cl_2(g) → Al_2Cl_6(f/g) und
BCl_3(g) + O(g) → BOCl(g) + Cl_2(g)

Mögliche Probleme werden sein:
Kondensation von Al_2Cl_6
Bildung von HCl, eine korrosive Säure
Das Endprodukt Cl_2 Gas, auch korrosiv, könnte mit dem Pumpenkörper reagieren

Empfehlungen für diesen Prozeß sind:
Temperatur auf 85 °C einstellen
Stickstoffspülung mit ungefähr 13 slm
Auspuffheizung auf 110 °C

Es kann hilfreich sein die mit diesem Prozeß verbundenen Probleme anhand des Phasen-Diagramms (siehe Abb. 2.52) für

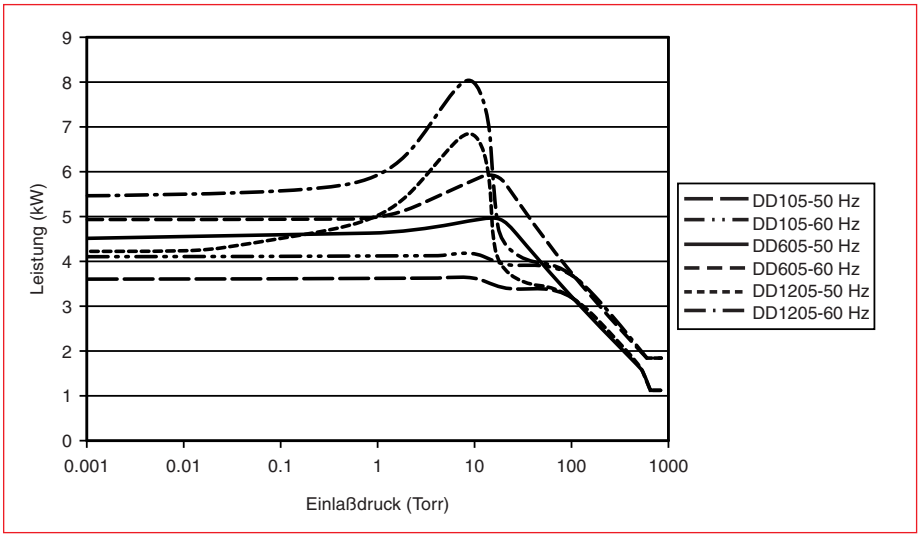


Abb. 2.51
DuraDry: Leistungsaufnahme

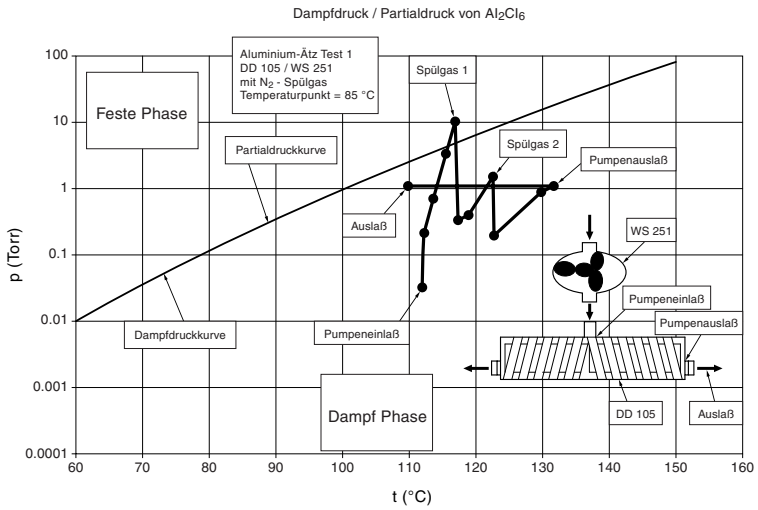
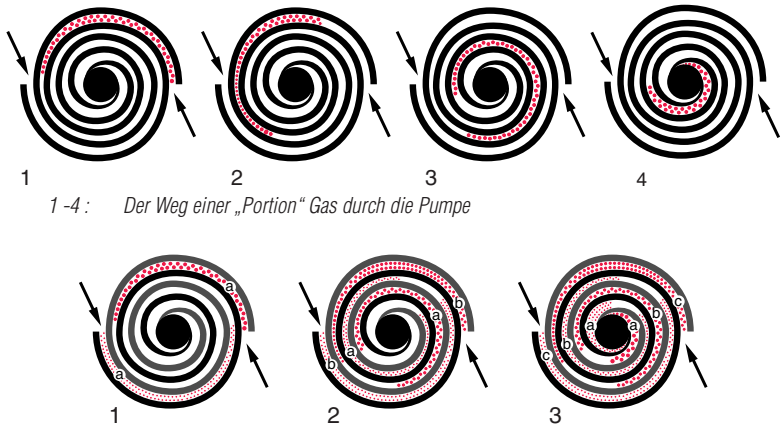


Abb. 2.52
Phasen Diagramm für den Al-Ätzprozeß

den Al_2Cl_6 zu besprechen. Der Teil „Feste Phase“ des Diagramms sagt: In dieser Region ist die feste Phase stabil. Je weiter der Abstand von der Begrenzungslinie desto mehr versucht die gasförmige Phase auf allen Teilen im Inneren der Pumpe zu kondensieren. Wenn wir auf das Phasendiagramm für diesen Prozeß in Abb.2.52 schauen, sollten wir immer versuchen den Prozeß unterhalb der Linie „Partialdruck / Dampfdruck“ zu halten. Außerdem können wir die Pumpe heizen um im Pumpeninneren Kondensation zu vermeiden und zur Verdünnung zusätzlich mit Stickstoff spülen. Im Diagramm sind auch Meßpunkte für Druck und Temperatur längs des Weges durch die Pumpe, sowie die zwei Spülgasanschlüsse eingetragen. Tatsächlich zeigte die DuraDry nach einjährigem Einsatz in einem Al-Ätzprozeß im Inneren keinerlei Ablagerungen.

2.2.3 Scroll-Pumpen

Das Funktionsprinzip der Scroll-Verdichters wurde von dem Franzosen Leon Creux entwickelt und 1905 patentiert. Jahrzehntelang haben Produktionshindernisse die industrielle Anwendung dieses Konzepts verzögert. Seit einiger Zeit wird es erfolgreich als Verdichter für Kältemittel und neuerdings auch für ölfreie Vakuumpumpen angewendet. Das Herzstück des Verdichters besteht aus zwei archimedischen Spiralen, die nur äußerst geringe Fertigungstoleranzen zulassen. Das Wort Scroll kommt aus dem Englischen: scroll = Schnecke, Spirale, Schriftenrolle. Werden diese Spiralen ineinander gesetzt, bilden sie mehrere halbmondförmige Taschen in unterschiedlichen Größen. Während die eine Spirale fest steht, wird die andere durch die Kurbelwelle mit Exzenter über eine spezielle Kupplung angetrieben. Dadurch rollt die bewegliche Spirale kreisbahnförmig, orbitierend an der feststehenden Spirale ab. Das Gas wird durch das Orbitieren einer beweglichen Spirale um eine feststehende Spirale „portionsweise“ von außen (Ansaugstutzen) nach innen (Auspuffstutzen) gedrückt. Die Abb. 2.53 soll die Arbeitsweise einer Scrollpumpe verdeutlichen.



1 -4 : Der Weg einer „Portion“ Gas durch die Pumpe

1 - 3 : Drei „Portionen“ Gas a, b und c in der Pumpe

Das Gas wird durch das Orbitieren einer beweglichen Spirale um eine feststehende Spirale von außen (Ansaugstutzen) nach innen (Auspuffstutzen) gedrückt.

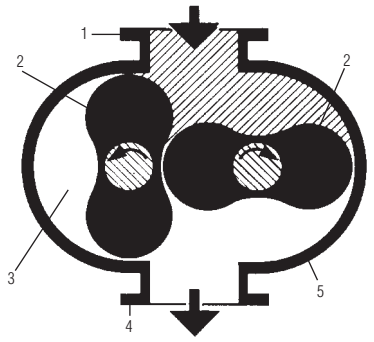
Abb. 2.53
Funktionsschema der Scroll-Pumpe

2.3 Trockenlaufende Rotations-Verdrängerpumpen, die nicht gegen Atmosphäre verdichten: Roots- oder Wälzkolbenpumpen

Wälzkolbenpumpen, auch Rootspumpen oder Rootsgebläse genannt, waren ursprünglich für das Aufladen von Flugzeugmotoren konstruiert, haben aber seit den 30er Jahren des vorigen Jahrhunderts auch in den Arbeitsgebieten der Vakuumtechnik breite Anwendung gefunden. Sie werden in Pumpenkombinationen mit Vorpumpen (Drehschieber-, Sperrschieber- und Schraubenpumpen) eingesetzt und erweitern deren Arbeitsbereich bis weit in das Feinvakuumgebiet, bei Verwendung zweistufiger Rootspumpen sogar bis in das Hochvakuumgebiet. Das Arbeitsprinzip der Wälzkolbenpumpen erlaubt es, Einheiten mit sehr hohem Saugvermögen (über 100.000 m^3/h) zu bauen, die wirtschaftlicher sein können als z. B. Dampfstrahlpumpen im gleichen Arbeitsbereich.

Eine Wälzkolben-Vakuumpumpe (siehe Abb. 2.54) ist eine Drehkolbenpumpe, bei der sich im Pumpengehäuse zwei symmetrisch gestaltete Rotoren gegeneinander berührungsfrei drehen („abwälzen“). Die beiden Rotoren haben ungefähr einen 8-förmigen Querschnitt und sind durch ein Zahnradgetriebe synchronisiert. Die Spaltbreite zwischen Kolben und Gehäusewand und zwischen den Kolben untereinander

Mechanische Vakuumpumpen



1 Ansaugflansch
2 Wälzkolben
3 Kammervolumen
4 Pumpenausgangsflansch
5 Gehäuse

Abb. 2.54
Schematischer Querschnitt einer Wälzkolbenpumpe

beträgt wenige Zehntel Millimeter. Deshalb können Wälzkolbenpumpen ohne mechanischen Verschleiß mit hohen Drehzahlen laufen. Im Gegensatz zu Drehschieber- und Sperrschieberpumpen sind Wälzkolbenpumpen nicht ölüberlagert, so daß die prinzipielle innere Undichtheit trockenlaufender Pumpen dazu führt, daß sich nur maximale Kompressionsverhältnisse in der Größe von 10 bis 100 erreichen lassen. Die innere Undichtheit der Wälzkobenpumpen, wie auch anderer trockenlaufender Pumpen hoher Drehzahl resultiert in erster Linie daraus, daß bestimmte Oberflächenanteile des Schöpfraums infolge des Arbeitsprinzips wechselweise der Saugseite und der Verdichtungsseite der Pumpe zugeordnet sind. Während der Verdichtungsphase werden diese Oberflächenanteile (Kolben und Gehäuse) mit Gas beladen (Grenzschicht); während der Saugphase wird dieses Gas wieder abgegeben. Die Dicke der verschleppten Gasschicht hängt von den Spaltweiten zwischen den beiden Kolben und den Kolben und der Gehäusewand ab. Wegen der relativ komplexen Temperaturverhältnisse in der Wälzkolbenpumpe kann man nicht von den in kaltem Zustand gemessenen Spalten ausgehen. Kleinste Spalte und daher auch kleinste Rückströmungen erreicht man bei Arbeitsdrücken im Bereich von 1 mbar. Demzufolge lassen sich in diesem Druckbereich einerseits zwar die höchsten Kompressionsverhältnisse erzielen, andererseits ist dieser Druckbereich auch am kritischsten im Hinblick auf ein Anlaufen zwischen Kolben und Gehäuse.
Abb. 2.55 zeigt eine moderne Wälzkolbenpumpe mit variabler Drehzahl in Kombination mit einer trockenverdichtenden Schraubenvakuumpumpe Typ ScrewLine SP630.

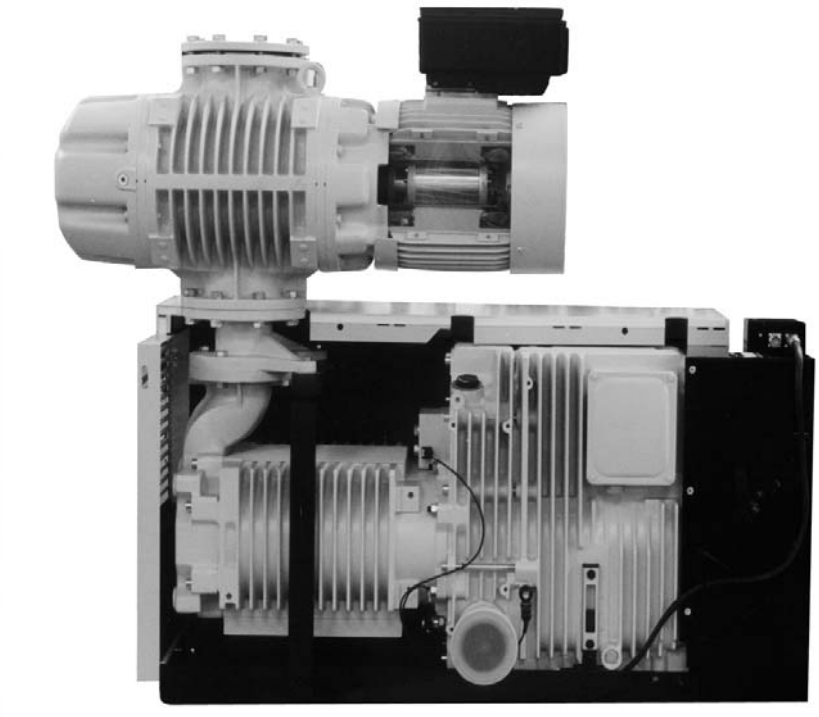


Abb. 2.55
RUVAC 2001 FC auf ScewLine SP630 montiert

Kenngrößen von Wälzkolbenpumpen
Die von einer Wälzkolbenpumpe effektiv geförderte Gasmenge Q_{eff} errechnet sich aus der theoretisch geförderten Gasmenge Q_{th} und der inneren Rückströmung Q_{iR} (als Verlustgasmenge) zu:

$$Q_{eff} = Q_{th} - Q_{iR} \qquad (2.6)$$

Für die theoretisch geförderte Gasmenge gilt:

$$Q_{th} = p_a \cdot S_{th} \qquad (2.7)$$

wobei p_a der Ansaugdruck und S_{th} das theoretische Saugvermögen bedeuten. Dieses wiederum ist das Produkt aus Schöpfvolumen V_S und Drehzahl n:

$$S_{th} = n \cdot V_S \qquad (2.8)$$

Analog berechnet sich die innere Rückströmung Q_{iR} zu:

$$Q_{iR} = n \cdot V_{iR} \qquad (2.9)$$

wobei p_V der Vorvakuumdruck (Druck auf der Vorvakuumseite) und S_{iR} ein (fiktives) „Rück-Saugvermögen“ ist, mit

$$S_{iR} = n \cdot V_{iR} \qquad (2.10)$$

also das Produkt aus Drehzahl n und innerem Rückfördervolumen V_{iR}.

Der volumetrische Wirkungsgrad einer Wälzkolbenpumpe ist gegeben durch

$$\eta = \frac{Q_{eff}}{Q_{th}} \qquad (2.11)$$

Unter Verwendung der Beziehungen 2.6, 2.7, 2.8 und 2.9 ergibt sich

$$\eta = 1 - \frac{p_V}{p_a} \cdot \frac{S_{iR}}{S_{th}} \qquad (2.12)$$

Bezeichnet man die Kompression p_v/p_a mit k, so wird

$$\eta = 1 - k\,\frac{S_{iR}}{S_{th}} \qquad (2.12a)$$

Die maximale Kompression ergibt sich (siehe PNEUROP und DIN 28 426, Teil 2) bei Nullförderung; sie wird mit k_0 bezeichnet:

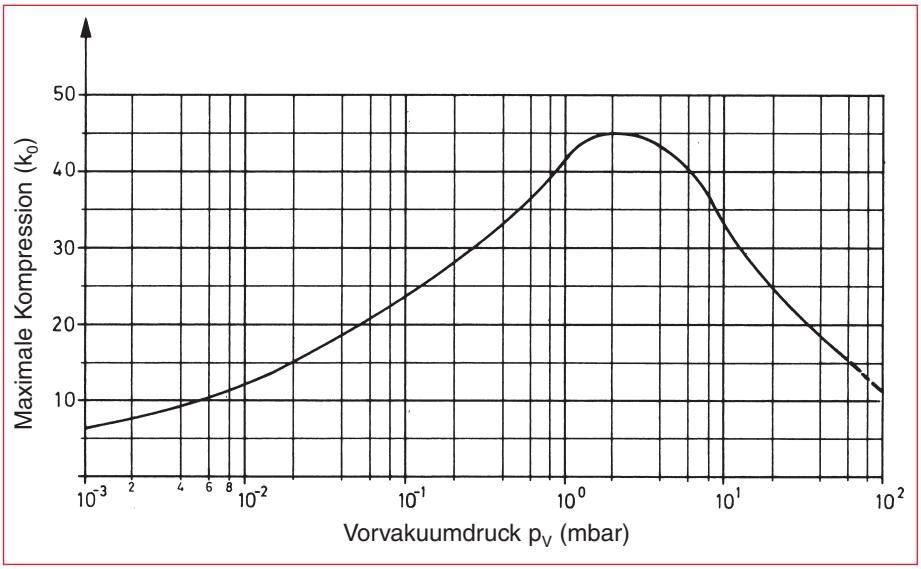


Abb. 2.56
Maximale Kompression k_0 der Wälzkolbenpumpe RUVAC WA 2001 in Abhängigkeit vom Vorvakuumdruck p_V

$$k_0 = \left(\frac{S_{th}}{S_{iR}}\right)_\eta = 0 \qquad (2.13)$$

k_0 ist eine für die Wälzkolbenpumpe charakteristische Größe, die gewöhnlich in Abhängigkeit vom Vorvakuumdruck p_V angegeben wird (siehe Bild 2.56). k_0 hängt auch (in geringem Maße) von der Gasart ab.

Für den Wirkungsgrad der Wälzkolbenpumpe ergibt sich die generell gültige Beziehung:

$$\eta = 1 - \frac{k}{k_0} \qquad (2.14)$$

In der Regel wird eine Wälzkolbenpumpe zusammen mit einer vorgeschalteten Grobvakuumpumpe mit dem (Nenn-) Saugvermögen S_V betrieben. Die Kontinuitätsgleichung liefert die Beziehung:

$$S_V \cdot p_V = S_{eff} \cdot p_a = \eta \cdot S_{th} \cdot p_a \qquad (2.15)$$

Daraus ergibt sich für

$$k = \frac{p_V}{p_a} = \eta \cdot \frac{S_{th}}{S_V} \qquad (2.16)$$

Das Verhältnis S_{th}/S_V (Theoretisches Saugvermögen der Wälzkolbenpumpe zu Saugvermögen der Vorpumpe) wird als **Abstufung** k_{th} bezeichnet. Man erhält aus Gleichung 2.16

$$k = \eta \cdot k_{th} \qquad (2.17)$$

Gleichung (2.16) besagt, daß die in einer Wälzkolbenpumpe erzielbare Kompression k stets kleiner sein muß als die Abstufung k_{th} zwischen Wälzkolbenpumpe und Vorpumpe, da der volumetrische Wirkungsgrad stets < 1 ist. Kombiniert man die Gleichungen 2.14 und 2.17, so erhält man für den Wirkungsgrad die bekannte Beziehung

$$\eta = \frac{k_0}{k_0 + k_{th}} \qquad (2.18)$$

In Gleichung 2.17 für den Wirkungsgrad kommen lediglich Kenngrößen der Kombination Wälzkolbenpumpe-Vorpumpe vor, nämlich die maximale Kompression k_0 der Wälzkolbenpumpe und die Abstufung k_{th} zwischen Wälzkolbenpumpe und Vorpumpe.

Vorvakuum-druck P_v	Saugvermögen S_v der E 250	$k_{th} = S_{th}/S_V = 2001/S_v$	K_0 (p_v) der RUVAC WA 2001	$\eta = k_0/k_0+k_{th}$ Volumetrischer Wirkungsgrad	$S_{eff} = \eta\ S_{th}$ (Gleichung 2.14)	Ansaugdruck $p_a = p_v \cdot S_v/S_{eff}$
100	250	8,0	12,5	0,61	1,220	21
40	250	8,0	18	0,69	1,380	7,2
10	250	8,0	33	0,8	1,600	1,6
5	250	8,0	42	0,84	1,680	0,75
1	250	8,0	41	0,84	1,680	0,15
$5 \cdot 10^{-1}$	220	9,1	35	0,79	1,580	$7 \cdot 10^{-2}$
$1 \cdot 10^{-1}$	120	16,6	23	0,6	1,200	$1 \cdot 10^{-2}$
$4 \cdot 10^{-2}$	30	67	18	0,21	420	$3 \cdot 10^{-3}$
Die Werte der beiden rechten Spalten ergeben punktweise die Saugvermögenskurven der Kombination WA 2001/E250 (siehe Abb. 2.57, oberste Kurve)					↓ Saugvermögenscharakteristik der Kombination WA 2001/E250	↓

Tabelle 2.3

Mechanische Vakuumpumpen

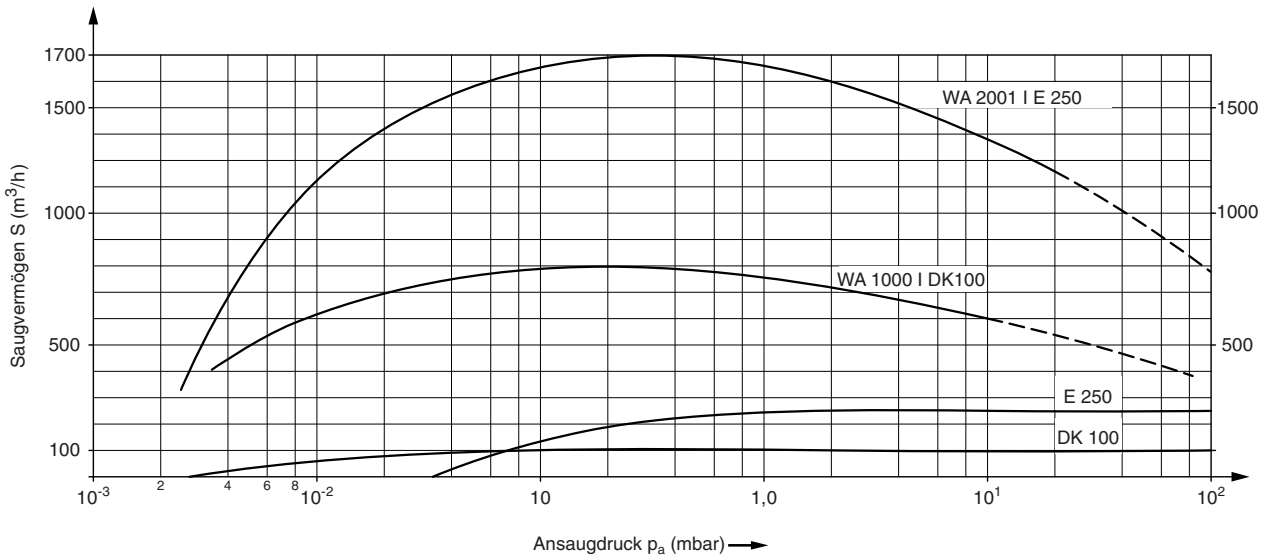


Abb. 2.57
Saugvermögenskurven verschiedener Pumpenkombinationen und der dabei verwendeten Vorpumpen

Mit Hilfe der obigen Beziehungen läßt sich die Saugvermögenskurve einer vorgegebenen Kombination von Wälzkolbenpumpe und Vorpumpe berechnen. Dazu müssen bekannt sein:

a) das theoretische Saugvermögen der Wälzkolbenpumpe: S_{th}

b) die max. Kompression in Abhängigkeit vom Vorvakuumdruck: $k_0\,(p_V)$

c) die Saugvermögenskurve der Vorpumpe $S_V\,(p_V)$

Der Berechnungsgang geht aus der Tabelle 2.3 für die Kombination Wälzkolbenpumpe RUVAC WA 2001 / E 250 (einstufige Sperrschieberpumpe, ohne Gasballast betrieben) hervor. Dabei wurde für S_{th} der Ansatz gemacht:

$$S_{th} = 2.050 - 2.5\% = 2000\ m^3/h$$

Das oben skizzierte Verfahren ist auch auf Anordnungen anwendbar, die aus einer Rotationspumpe als Vorpumpe und z.B. mehreren in Reihe geschalteten Wälzkolbenpumpen bestehen. Man bestimmt, einem Iterationsverfahren entsprechend, zunächst die Saugcharakteristik der Vorpumpe plus erster Wälzkolbenpumpe und betrachtet dann diese Kombination als Vorpumpe für die zweite Wälzkolbenpumpe usw. Man muß natürlich von allen Pumpen, die in der betrachteten Anordnung vorkommen, deren theoretisches Saugvermögen und die Kompression bei Nullförderung k_0 als Funktion des Vorvakuumdruckes kennen. Wie bereits gesagt, hängt es vom Vakuumverfahren ab, welche Abstufung am geeignetsten ist. Es kann auch durchaus vorteilhaft sein, wenn Vorpumpe und Wälzkolbenpumpe im Grobvakuumbereich das gleiche Saugvermögen haben.

Leistungsbedarf einer Wälzkolbenpumpe

Die Verdichtung in einer Wälzkolbenpumpe erfolgt als äußere Verdichtung und ist modellmäßig als isochore Verdichtung zu verstehen. Erfahrungsgemäß gilt für die Kompressionsleistung – in guter Näherung – die Beziehung:

$$N_{Kompression} = S_{th}\,(p_v - p_a) \qquad (2.19)$$

Zur Bestimmung der Gesamtleistung (sog. Wellenleistung) der Pumpe kommen noch mechanische Verlustleistungen N_v (z.B. in den Lagerdichtungen) hinzu:

$$N_{ges} = N_{Kompression} + \Sigma\, N_V \qquad (2.20)$$

Die in N_V zusammengefaßten Verlustleistungen sind – wie die Erfahrung zeigt – etwa proportional S_{th}, also:

$$\Sigma\, N_v = Const \cdot S_{th} \qquad (2.21)$$

Abhängig vom Pumpentyp und Ausführung liegt der Wert der Konstanten zwischen 0,5 und 2 Wh/m³ .

Die Gesamtleistung beträgt daher:

$$N_{ges} = S_{th}\,(p_v - p_a + Const.)$$

Die entsprechende, zur Berechnung nützliche Zahlenwertgleichung lautet:

$$N_{ges} = S_{th}\,(p_v - p_a + Const.) \cdot 3 \cdot 10^{-2}\ Watt \qquad (2.22)$$

mit p_v , p_a in mbar, S_{th} in m³ / h und Const. zwischen 18 und 72.

Belastbarkeit einer Wälzkolbenpumpe

Die Leistungsaufnahme der Pumpe bedingt ihre Erwärmung. Überschreitet diese ein bestimmtes Maß, das durch die maximal zulässige Druckdifferenz $p_v - p_a$ gegeben ist, so besteht die Gefahr, daß die Kolben infolge ihrer thermischen Ausdehnung im Gehäuse festlaufen. Die maximal zulässige Druckdifferenz p_{max} wird durch folgende Faktoren beeinflußt: Vorvakuum- bzw. Verdichtungsdruck p_v, Saugvermögen der Vorpumpe S_v, Drehzahl der Wälzkolbenpumpe n, Abstufungsfaktor k_{th} und Adiabatenexponent κ des geförderten Gases. Bei Zunahme von p_v und S_v erhöht sich, bei Zunahme von n, k_{th} und κ reduziert sich p_{max}. Die maximale Differenz zwischen Vorvakuum- und Ansaugdruck, $p_v - p_a$, darf daher bei Dauerbetrieb einen bestimmten Wert nicht überschreiten, der von der Pumpentype abhängt. Solche Werte liegen zwischen 130 und 50 mbar. Kurzzeitig jedoch kann die für den Dauerbetrieb zulässige maximale

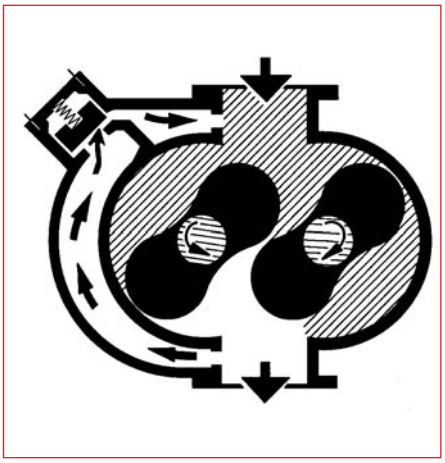


Abb. 2.58
Querschnitt durch eine Wälzkolbenpumpe mit Umwegleitung

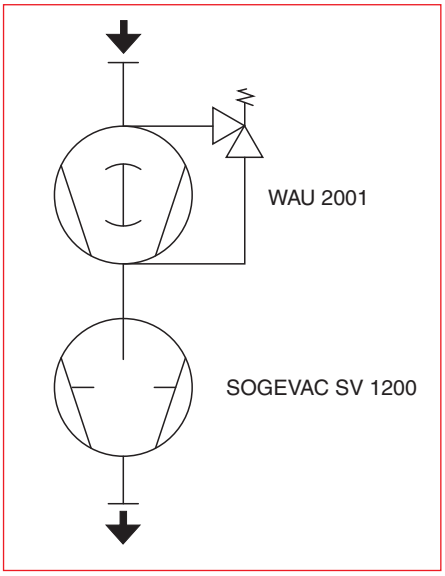


Abb. 2.59
Schema – Wälzkolbenpumpe mit integrierter Umwegleitung und Vorpumpe

Druckdifferenz überschritten werden. In Sonderkonstruktionen, die z.B. mit Gaskühlung arbeiten, sind auch im Dauerbetrieb hohe Druckdifferenzen zulässig.

Bauarten von Wälzkolbenpumpen

Antriebe

Als Antrieb werden standardmäßige Flanschmotoren eingesetzt. Die Abdichtung der Antriebswellendurchführungen übernehmen zwei ölüberlagerte Radialwellendichtungen, die auf einer verschleißfesten Laufbuchse zum Schutze der Antriebswelle laufen. Als Flanschmotor lassen sich Motoren beliebiger Schutzart, Spannung und Frequenz verwenden.

Die integrale Dichtheit dieser Version liegt bei $< 10^{-4}$ mbar·ℓ·s^{-1}.

Für höhere Dichtheitsanforderungen $< 10^{-5}$·mbar·ℓ·s^{-1} rüstet man die Wälzkolbenpumpe mit einem Spaltrohrmotor aus. Der Rotor sitzt im Vakuum auf der Antriebswelle der Pumpe und ist durch ein vakuumdichtes, unmagnetisches Rohr vom Stator getrennt. Die Kühlung der Statorwicklung erfolgt durch einen Lüfter mit eigenem Antriebsmotor. Dadurch entfallen die dem Verschleiß unterliegenden Wellenabdichtungen. Der Einsatz der Wälzkolbenpumpen mit Spaltrohrmotoren ist besonders beim Abpumpen hochreiner, toxischer oder mit radioaktiven Bestandteilen beladener Gase und Dämpfe zu empfehlen.

Einhalten der erlaubten Druckdifferenz

Bei Standard-Wälzkolbenpumpen müssen Vorkehrungen getroffen werden, damit die prinzipbedingte maximale Druckdifferenz zwischen Ansaug- und Druckstutzen nicht überschritten wird. Dies wird entweder durch einen Druckschalter, der die Wälzkolbenpumpe in Abhängigkeit vom Ansaugdruck zu- oder abschaltet, oder durch die Verwendung eines Druckdifferenz- oder Überströmventils im Bypass zur Rootspumpe erreicht (Abb. 2.58 und 2.59). Die Verwendung eines Überstömventils im Bypass zur Wälzkolbenpumpe erweist sich als bessere und betriebssicherere Lösung. Das gewichts- und federbelastete Ventil wird auf die maximal zulässige Druckdifferenz der jeweiligen Pumpe eingestellt. So wird sichergestellt, daß die Wälzkolbenpumpe nicht überlastet wird und in jedem Druckgebiet betrieben werden kann. In der Praxis bedeutet das, daß die Wälzkolbenpumpe ab Atmosphärendruck zusammen mit der Vorpumpe eingeschaltet werden kann. Im Prozeß bewirken Druckanstiege keine Störungen des Kombinationsbetriebes durch das Abschalten der Wälzkolbenpumpe.

Voreinlaßkühlung (Abb. 2.60)

Bei voreinlaßgekühlten Wälzkolbenpumpen entspricht der Verdichtungsvorgang im wesentlichen dem Arbeitsprinzip der normalen Wälzkolbenpumpen. Die Zulässigkeit höherer Druckdifferenzen erfordert eine größere installierte Leistung, die bei gegebener Drehzahl dem Druckunterschied zwischen Saug- und Druckstutzen direkt proportional ist und sich aus der theoretischen Verdichtungsarbeit und verschiedenen Verlustleistungen zusammensetzt. Der Verdichtungsvorgang schließt normalerweise nach Öffnen des Schöpfraumes gegen den Druckstutzen den Fördervorgang ab. In die-

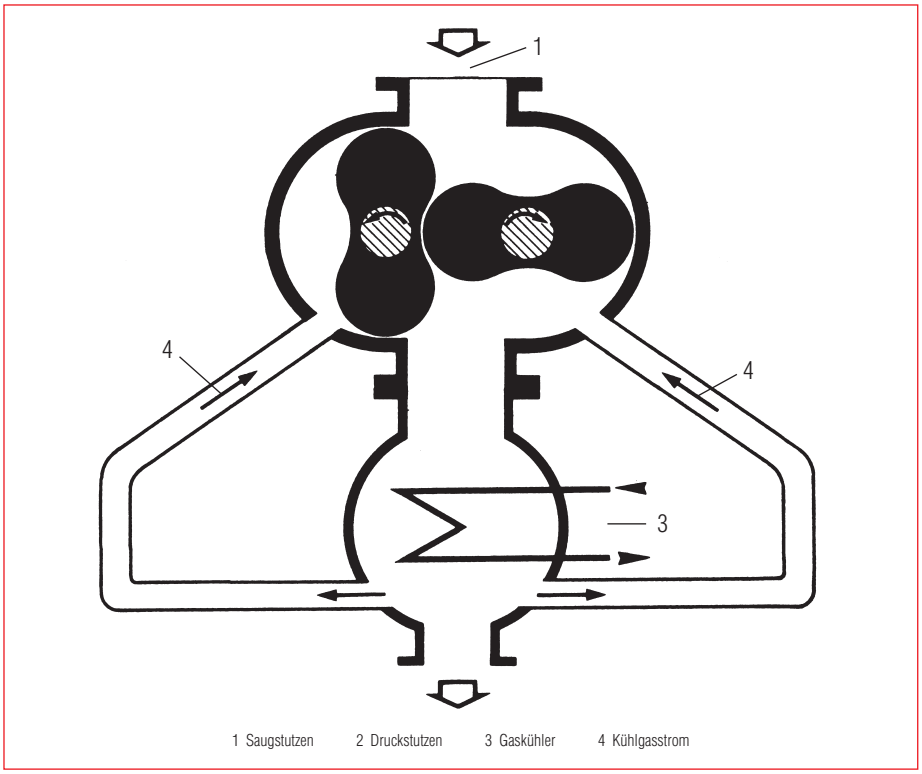


Abb. 2.60
Funktionsschema der Wälzkolbenpumpe mit Voreinlaßkühlung

Mechanische Vakuumpumpen

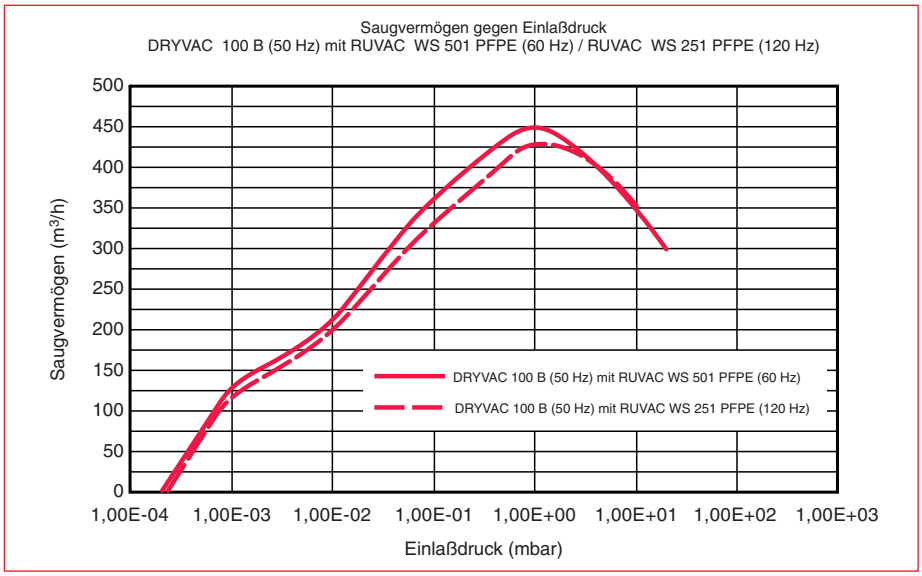


Abb. 2.61
Saugvermögensergleich von 501/60 Hz und WS 251/120 Hz

sem Augenblick strömt erwärmtes Gas mit höherem Druck in den Schöpfraum und verdichtet das transportierte Gasvolumen. Durch die Voreinlaßkühlung wird dieser Verdichtungsvorgang vorweggenommen. Bevor der Kolben den Schöpfraum zum Druckstutzen hin öffnet, strömt über den Voreinlaßkanal verdichtetes, gekühltes Gas in den Schöpfraum. Abschließend stößt der Kolben das Fördermedium über den Druckstutzen aus. Das gekühlte Gas, das bei der einstufigen Verdichtung gegen Atmosphäre aus der Voreinlaßkühlung zugeführt oder bei mehrstufigen Pumpständen aus nachgeschalteten Gaskühlern entnommen wird, leistet eine Vorverdichtung und führt durch „innere Kühlung" die Verdichtungswärme im Entstehungszeitpunkt ab.

Frequenzwandlerbetrieb

Für Rootspumpen ohne berührende Wellendichtung (Bauart WS oder WSU) empfiehlt sich der Einsatz eines Frequenzwandlers zur Erhöhung des Leistungspotentials. Bedingt durch die Maschinendynamik ist je nach Baugröße eine Drehzahl von bis zu 120 Hz möglich. In erster Näherung entwickelt sich das Saugvermögen etwa proportional zur Drehzahl. Damit steht beispielsweise für eine WS 251 bei 120 Hz etwa das Saugvermögen der WS 501 bereit (vgl. Abb. 2.61). Erhöht man auf diese Art die Leistungsdichte, so muß mit steigender Drehzahl die maximale Druckdifferenz zurückgenommen werden. Es gilt:

$$\Delta p_{max} \cdot S_{theor} \approx \text{konstant} \qquad (2.23)$$

Das heißt bei doppelter Drehzahl halbiert sich der maximale Druckdifferenz.

Mit dem Frequenzwandlerbetrieb können noch zusätzlich folgende Vorteile genutzt werden:

- Strombegrenzung: Bei Erreichen einer Maximallast reduziert sich automatisch die Drehzahl und ein bestimmter Strom bzw. eine bestimmte Leistung wird nicht überschritten. Hiermit kann auf eine Umwegleitung (wie z. B. in einer WSU) oder einen Druckschalter verzichtet werden, wie der Vergleich der zwei Kurven in Abb. 2.62 zeigt.
- Kennlinienbetrieb: Da die Drehzahl etwa proportional dem Saugvermögen ist, kann durch Überwachung von Leistung und Drehzahl z. B. ein konstanter Differenzdruckbetrieb gefahren werden.
- Überwachung: Strom und Temperatur im Wandler als Indikatoren für eine Überlast werden automatisch überwacht.
- Schnittstellen: Zur Ansteuerung oder Überwachung sind an jedem Frequenzwandler Schnittstellen vorhanden.

Durch die technische Weiterentwicklng wurden Frequenzwandler immer kleiner, daher werden sie heute in zunehmendem Maße direkt am Drehstrommotor integriert. Der Vorteil dieser Anordnung sind der kompakte Aufbau, keine zusätzlichen Verbindungsleitungen zwischen Motor und Frequenzwandler und die Reduzierung der Aufwendungen zur elektromagnetischen Verträglichkeit. Ein Beispiel für eine solche Anordnung mit einer WS 2001 ist in Abb. 2.63 dargestellt.

Empfohlene Öle für den Betrieb von Rootspumpen

Eine Empfehlung für die Verwendung bestimmter, von Leybold erprobter Öle ist für alle Rotationverdrängerpumpen in Abschnitt 2.1.2.9 zusammengestellt. Technische Daten und Anwendungsdaten finden man in Tabelle 16d , Abschnitt 13.

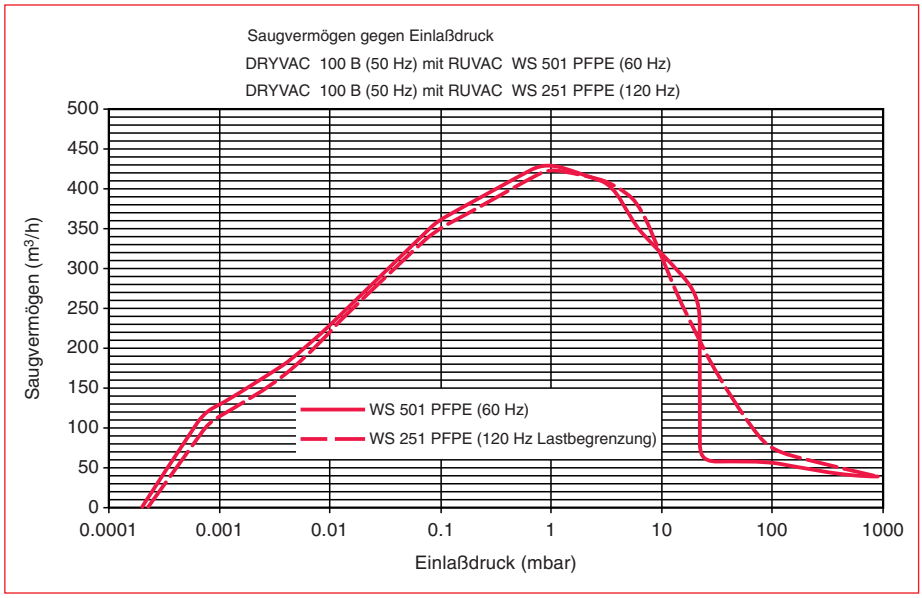


Abb. 2.62
Saugvermögensvergleich von WS 501(60Hz) mit Druckschalter (p = 80 mbar) und WS 251 mit Frequenzwandler (120 Hz) und zur Lastbegrenzung

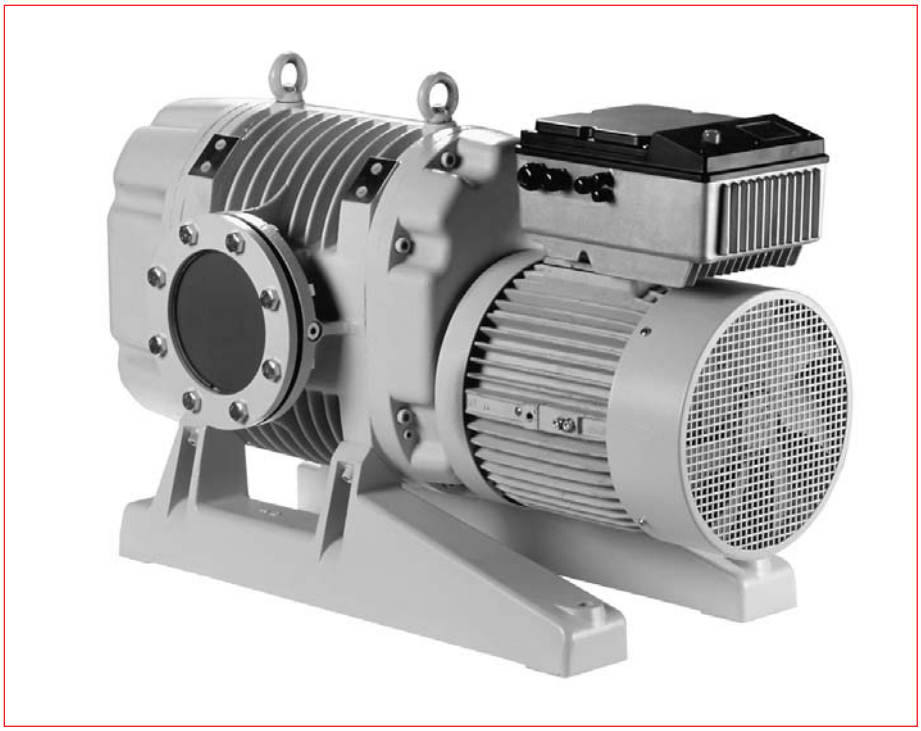


Abb. 2.63
RUVAC WS 2001 FC mit integriertem Frequenzwandler (7,5 kW)

2.4 Trockenverdichtende Oszillationsverdränger-Vakuumpumpen

2.4.1 Membranpumpen

Membranpumpen gewinnen in letzter Zeit unter anderem aus Umweltaspekten an Bedeutung. Sie sind eine Alternative zu Wasserstrahlvakuumpumpen, da sie kein Abwasser produzieren. Insgesamt kann eine Membranvakuumpumpe bis zu 90% Betriebskosten im Vergleich zu einer Wasserstrahlpumpe einsparen. Gegenüber Drehschieberpumpen ist der Schöpfraum völlig frei von Öl. Konstruktionsbedingt werden auch keine ölüberlagerten Simmerringe benötigt. Membranvakuumpumpen sind ein- oder mehrstufige, trockenverdichtende Vakuumpumpen (es werden bis zu vierstufige Membranpumpen gebaut). Dabei wird eine Membran mit ihrem äußeren Umfang zwischen Pumpenkopf und Gehäusewand eingespannt (Abb. 2.64). Sie wird durch ein Pleuel über einen Exzenter oszillierend bewegt. Der sich abwechselnd vergrößernde und verkleinernde Schöpf- bzw. Kompressionsraum bewirkt den Pumpvorgang. Die Ventile sind so angeordnet, daß während der Vergrößerung des Schöpfraumes eine Verbindung zur Ansaugleitung besteht. Beim Verdichten ist der Arbeitsraum mit der Auspuffleitung verbunden. Die Membran trennt den Getrieberaum hermetisch vom Förderraum ab, so daß dieser frei von Öl und Schmiermitteln bleibt (trockene Vakuumpumpe). Membran, Kopfdeckel, Gehäusedeckel und Ventile sind die einzigen Teile, die mit dem zu pumpenden Medium in Kontakt kommen. Beschichtet man die Membran mit PTFE und fertigt Ein- und Auslaßventil, sowie Kopf- und Gehäusedeckel aus einem hochfluorierten Elastomer wie z. B. bei der DIVAC von LEYBOLD, so kann man aggressive Dämpfe und Gase abpumpen. Sie ist deshalb vor allem für vakuumtechnische Anwendungen im Chemielabor geeignet. Die Lebensdauer der verwendeten Membran ist allerdings begrenzt und erreicht im Vergleich mit anderen trockenverdichtenden Systemen niedrigere Werte.

Bedingt durch die begrenzte elastische Deformierbarkeit der Membran und den daraus folgenden kleinen Hub ergibt sich ein vergleichsweise geringes Saugvermögen. Auf Grund der geringen Hübe und der möglichen Membrandurchmesser sind Saugvermögen > 10 m^3/h nicht wirtschaftlich realisierbar. Bei diesem Pumprinzip verbleibt am oberen Totpunkt des Kolbens ein Restvolumen, der sogenannte „schädliche Raum“. Aus diesem können die Gase nicht in die Auspuffleitung befördert werden. Die unter dem Auspuffdruck bleibende Gasmenge expandiert während des folgenden Saughubes in den sich vergrößernden Arbeitsraum und füllt ihn aus, so daß bei abnehmenden Ansaugdruck immer weniger neues Gas einströmen kann. Der volumetrische Wirkungsgrad verschlechtert sich aus diesem Grund laufend. Membranvakuumpumpen können deshalb kein größeres

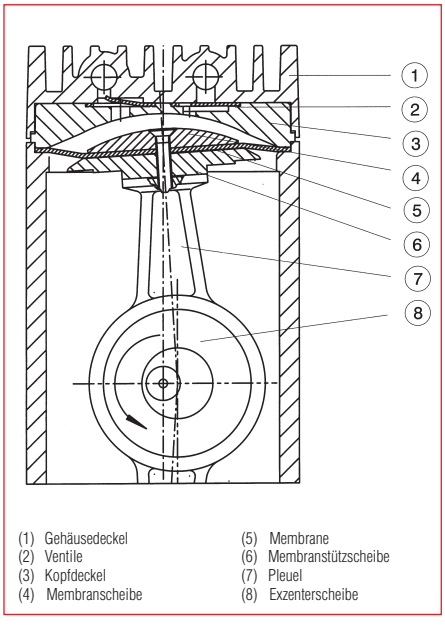
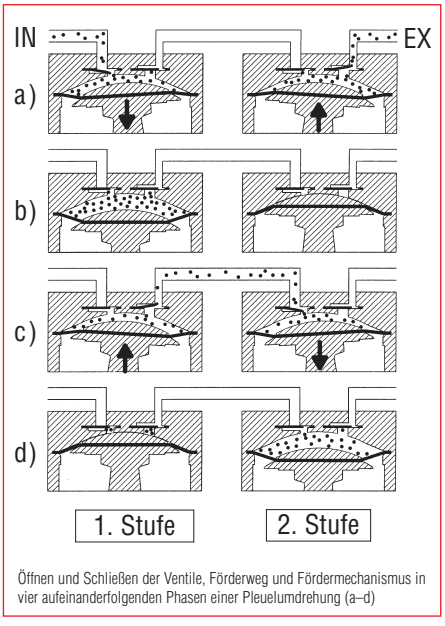


Abb. 2.64
Schematische Darstellung des Aufbaues einer Membranpumpenstufe



Öffnen und Schließen der Ventile, Förderweg und Fördermechanismus in vier aufeinanderfolgenden Phasen einer Pleuelumdrehung (a–d)

Abb. 2.65
Veranschaulichung der Funktionsweise einer zweistufigen Membranpumpe

Mechanische Vakuumpumpen

Abb. 2.66
EcoDry M 15 (oben) und M 30, liegend (unten); Motore mit integriertem Frequenzwandler

Verdichtungsverhältnis erzielen, als das Verhältnis von maximalen Arbeitsraum zu „schädlichem Raum“. Der Enddruck einstufiger Membranvakuumpumpen liegt je nach Ausführung bei etwa 80 mbar, bei zweistufigen Ausführungen werden bis zu 3 mbar erreicht (z. B. DIVAC 4.8 VT). Mehrstufige Ausführungen bis zu vier Kompressionstufen sind noch wirtschaftlich realisierbar und erreichen Enddrücke bis etwa 0,5 mbar. Die Enddrücke von Membranpumpen für Chemieanwendungen liegen, bei gleicher Ausführung wie oben beschrieben, etwas höher z.B. bei der zweistufugen DIVAC 2.2 L bei etwa 8 mbar. Membranpumpen mit so niedrigem Enddruck eignen sich als Vorpumpen für Turbo-Molekularpumpen mit baulich integrierter Schraubenstufe (Compound- oder Wide-Range-Turbo-Molekularpumpen, wie z. B. die TURBOVAC 55 von LEYBOLD). Auf diese Weise erhält man ein absolut ölfreies Pumpsystem, was für Meßanordnungen wie Massenspetrometer-Systeme und Leckdetektoren sehr wichtig ist. Im Gegensatz zur Drehschieberpumpe hat diese Pumpenkombination für Leckdetektoren den Vorteil, daß in einer Membranpumpe naturgemäß kein Helium im Öl gelöst und damit auch kaum Geräteuntergrund verursacht werden kann.

2.4.2 Hubkolbenpumpen

Schon Otto von Guericke und Wolfgang Gaede nutzten das Prinzip der Kolbenpumpe zur Erzeugung von Vakuum. Neuzeitliche Entwicklungen auf dem Gebiet der Werkstoffe ermöglichen trockenlaufende Kolbenvakuumpumpen, die bezüglich ihrer Leistungsdaten in die Nähe von vergleichbaren Drehschieberpumpen rücken.

Im hohen Saugvermögensbereich sind 2-Wellen-Verdrängerpumpen, wie Schrauben- oder Klauenpumpen etabliert. Mit kleiner werdenden Saugvermögen werden diese Pumpen zunehmend unattraktiv, da die Rückströmungen im Inneren der Pumpe einen unverhältnismäßig großen Anteil ausmachen und die Pumpen relativ kostenungünstig werden. Hier bieten moderne Hubkolbenpumpen mit konstruktiv bedingter, besserer innerer Abdichtung eine Alternative. Unter dem Namen EcoDry stehen seit 1998 von LEYBOLD verschiedene Saugvermögen zwischen 15 und 30 m³/h als EcoDry M bzw. 50 m³/h als EcoDry L zur Verfügung (Abb. 2.66 und 2.67).

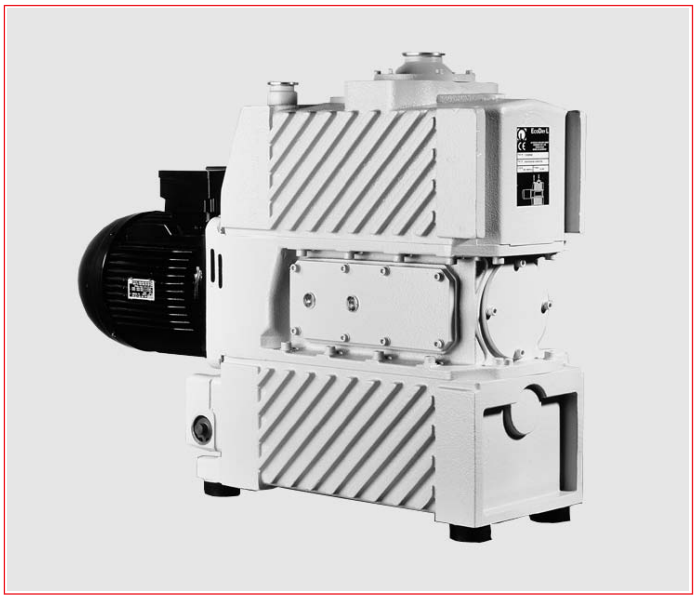


Abb. 2.67
EcoDry L

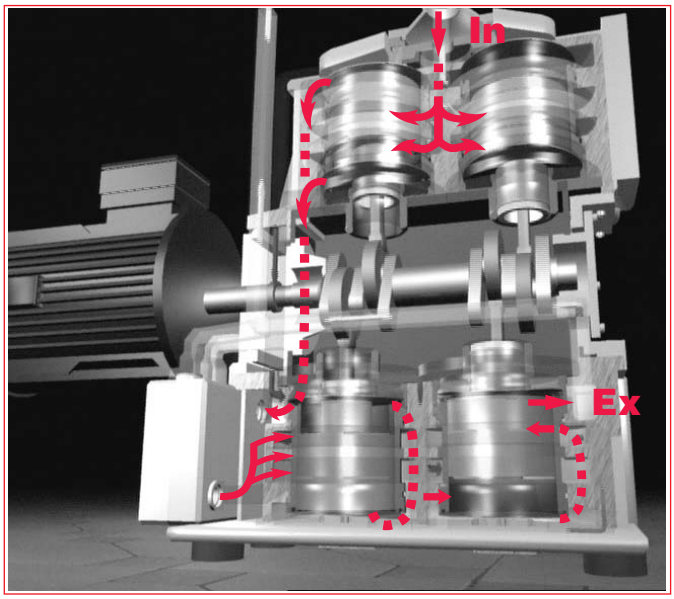
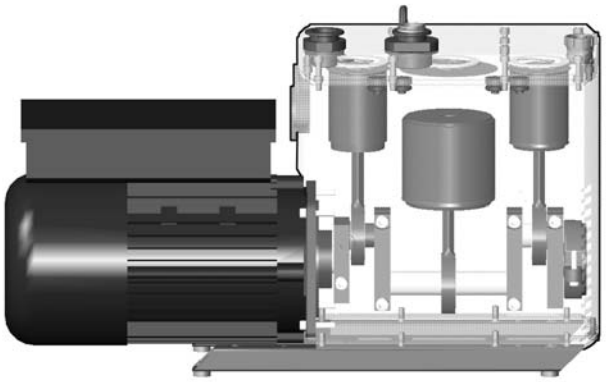


Abb. 2.68
Schnitt durch die EcoDry L



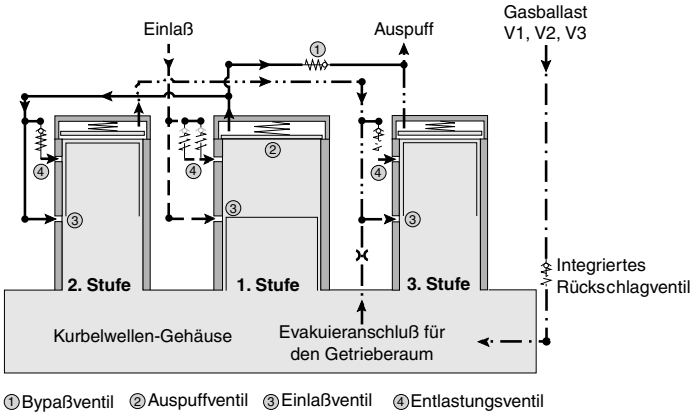


Abb. 2.69a
Innenansicht und Gasflußdiagramm der EcoDry M 15

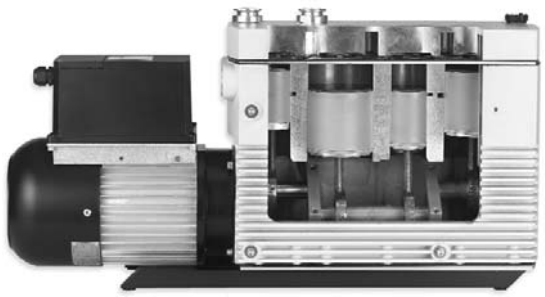
2.4.2.1 Pumpen mit Kurbelwellenantrieb / Funktionsprinzip (EcoDry L, EcoDry M)

Zum Erreichen von Enddrücken im 10^{-2} mbar-Bereich sind je nach Ausführung 3 - 4 Stufen nötig. Um maximale Saugvermögen auch bei niedrigen Drücken zu erzielen, ist besonderer Wert auf großflächige Einlassquerschnitte, Überströmkanäle und Ventile bei engen Spalten für die Kolbenführung zu legen. Abb. 2.68 zeigt einen Schnitt durch eine EcoDry L mit dem mehrstufigen Aufbau und der Boxernordnung der Zylinder. Am Beispiel der nach ähnlichen Prinzipien gebauten EcoDry M werden im folgenden Hubkolbenpumpen mit Drehstrommotorantrieb besprochen.

In Abb.2.69a ist das Prinzip der EcoDry M (3 Stufen) dargestellt. Der saugseitige Gaseinlass ist die untere Öffnung in der Zylinderwand. Diese wird am unteren Totpunkt vom Kolben geöffnet und in der Aufwärtsbewegung verschlossen. Das Gas wird komprimiert, und im oberen Todpunkt öffnet sich das großflächige Auslassventil (Querschnitt = Kolbenquerschnitt). Bei niedrigen Drücken wird das Ventil vom Kolben geöffnet, bei höheren Drücken öffnet die auftretende Druckdifferenz das Ventil. Zur Leistungsminimierung gibt es weitere Ventile in der Maschine, die in unterschiedlichen Druckbereichen aktiv werden. Vom mittleren Kolben, der das Saugvermögen bestimmt, strömt das Gas in die 2. und 3. Stufe, um anschließend gegen Atmosphäre ausgestoßen zu werden.

Ergänzt man die 3 Kolben im oberen Bild durch einen weiteren Kolben, der parallel mit dem großen Kolben der EcoDry M 15 genutzt wird, so ergibt sich doppeltes Saugvermögen (EcoDry M 30). Die konstruktive Umsetzung dieses Prinzips ist in Abb.2.69b links dargestellt.

Konstruktionsmaterialen und Werkstoffe
Zylinder und Kolben sind trockenlaufend ausgeführt. Ein PTFE-Compound auf der Kolbenoberfläche gleitet innerhalb einer glatten Hartoxidschicht des Zylinders. Zum Kurbelwellengehäuse sind die einzelnen Kompressionsräume mit einer trockenlaufenden Dichtung abgedichtet (Abb. 2.70). Im Kurbelwellengehäuse herrscht ein Zwischendruck, der durch den Ansaugdruck der letzten Stufe eingestellt wird. Auch die-



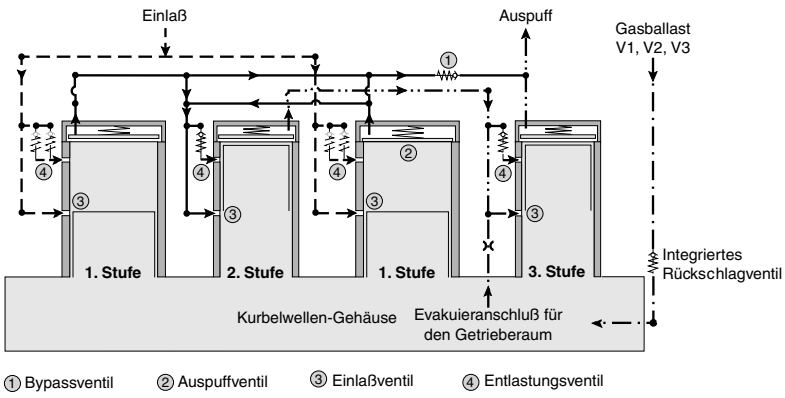


Abb. 2.69b
Innenansicht und Gasflußdiagramm der EcoDry M 30

Mechanische Vakuumpumpen

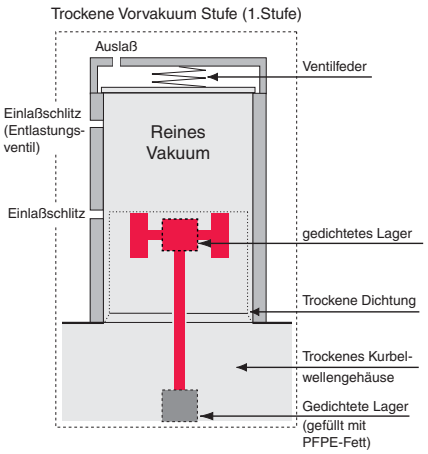


Abb. 2.70
Dichtungssystem zum Schöpfraum der EcoDry M

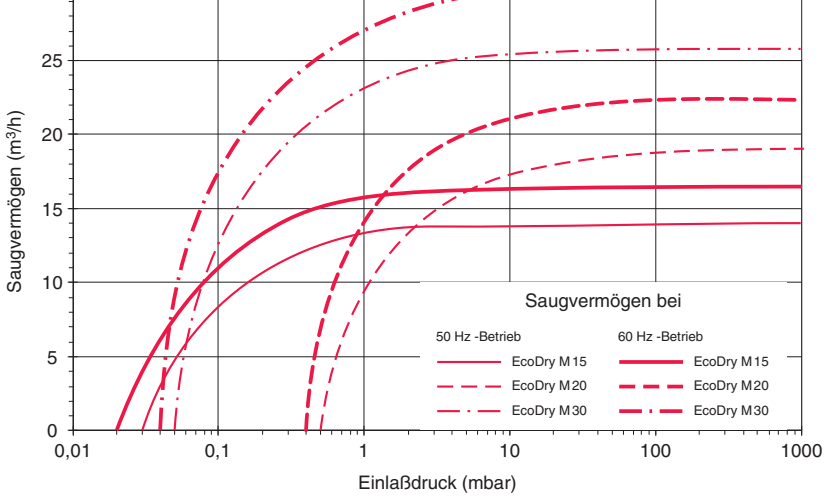


Abb. 2.71
EcoDry M 15 und M 30

ses Vakuum ist „trocken“, da alle Lager mit kohlenwasserstoffreien Fetten geschmiert sind und zum Kurbelwellengehäuse abgedichtet sind (Abb. 2.70). Dieses Dichtungssystem ermöglicht ein schmiermittelfreies Vakuum.

Eine dreistufige Kolbenpumpe oben beschriebener Bauart erreicht einen Enddruck von einigen 10^{-2} mbar je nach Netzfrequenz. Die Saugvermögenskurven für 15- und 30 m³/h-Pumpen sowie im Vergleich für die EcoDry M 20 (2stufige Ausführung der M 15) sind in Abb. 2.71 dargestellt.
Durch die Stufung der Volumina und die Funktionsweise der Ventile liegt die Leistungsaufnahme der Ecodry auf einem niedrigen Niveau. Beim Betrieb unterhalb 10 mbar reichen etwa 400 W für die EcoDry M 15. (Abb. 2.72). Neben dem Drehstrommotor stehen für diese Pumpen alternativ Wechselstrommotore zur Verfügung.

Zuverlässigkeit

Die geringe Leistungsaufnahme und die Verwendung von Aluminium als Gehäusewerkstoff führen zu einem gleichmäßigen und niedrigen Temperaturniveau in der Gesamtmaschine. Dies veranschaulicht eine Infrarotaufnahme im Lastbetrieb (Abb. 2.73). Bei den konstruktiv bedingten Gleitgeschwindigkeiten und den erreichten Temperaturen haben Lager und trockene Kolbendichtungen im zugelassenen Lastbereich bei sauberen Anwendungen eine hohe Lebensdauer.

Anwendungen

Das Kolbenprinzip stellt im Vergleich zu anderen trockenlaufenden Pumpprinzipien (wie z. B. 2-Wellen-Maschinen) eine einfache und kostengünstige Alternative dar. Anwendungen liegen vorzugsweise im sauberen Bereich wie:

- Vorpumpe für Turbomolekular- und Compound-Pumpen
- kleine Load-Lock- und Transferkammern
- Elektronenmikroskope, Massenspektrometer, Forschungsanwendungen usw.

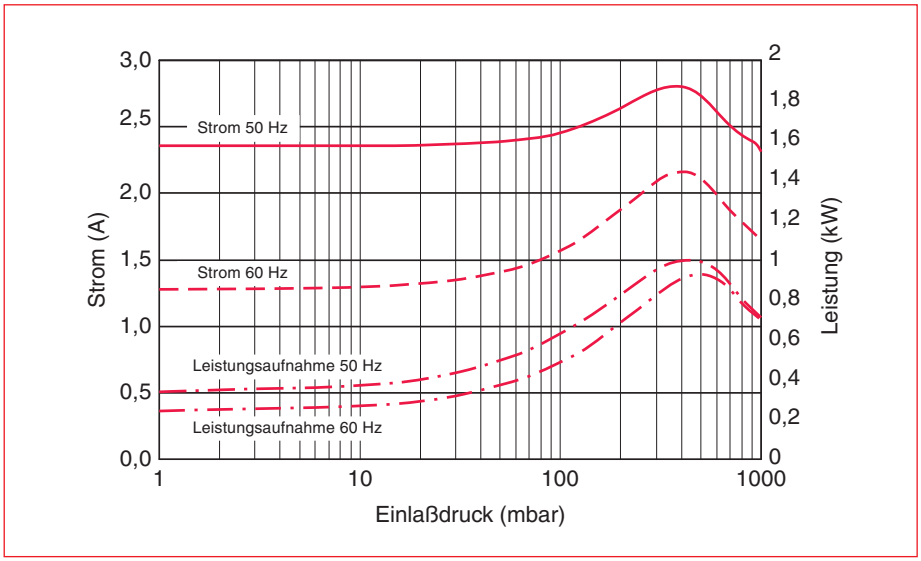


Abb. 2.72
Leistungsaufnahme einer EcoDry M 15 mit Drehstrommotor als Funktion des Ansaugdrucks

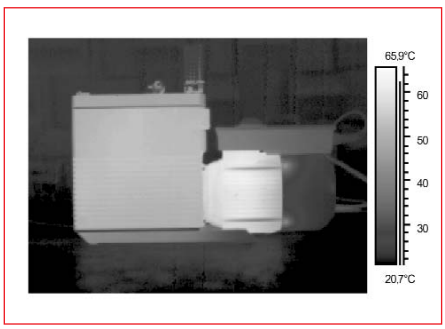
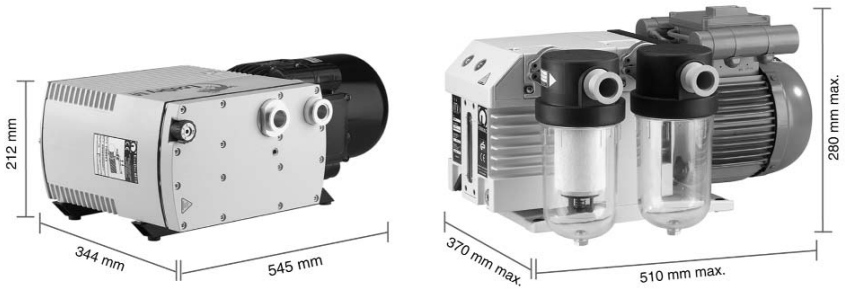


Abb. 2.73
Temperaturverteilung EcoDry M im Zyklusbetrieb



EcoDry M 15 mit 1 Phasen-Weltmotor

TRIVAC D 16 B mit 1 Phasen-Weltmotor und Zubehör AK /AF 16

Abb. 2.74
Größenvergleich einer EcoDry M 15 Drehstromausführung mit einer Drehschieberpumpe, inklusive Zubehör gleichen Saugvermögens

Abb. 2.75
Schwingungsentkopplungsset für EcoDry M

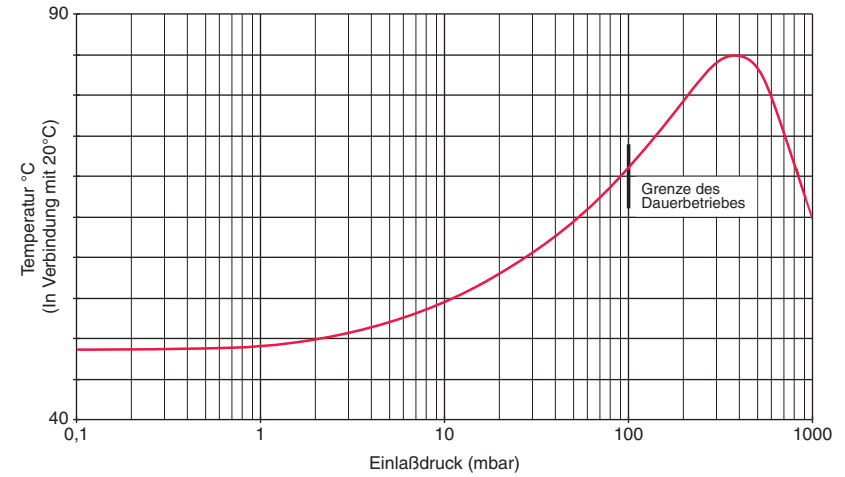


Abb. 2.76
Temperatur der Zylinderbohrung als Funktion des Einlassdrucks

Bei einem Vergleich der vakuumtechnischen Eigenschaften von Kolbenpumpen und Drehschieberpumpen muß bei der Beurteilung der geometrischen Abmessungen bei der Drehschieberpumpe realistischerweise zumindest ein Auspuffilter berücksichtigt werden. Einen derartigen Größenvergleich zeigt Abb. 2.74. Das Pumpprinzip selbst bietet aber eine Reihe von Vorteilen gegenüber Drehschieberpumpen:

- absolut kohlenwasserstofffreies Vakuum und geringe Partikelemission
- robust und zuverlässig, geringer Wartungs- und Serviceaufwand
- niedrige Betriebskosten (niedrige Leistungsaufnahme und keine weiteren Betriebsmittel)

Der prinzipbedingte Nachteil eines etwas höheren Schwingungsniveaus für Kolbenpumpen kann durch ein Entkopplungsset (Abb. 2.75) ausgeglichen werden, welches das Schwingungsniveau an den Schnittstellen zur Umgebung (Pumpenfuß und Saugstutzen) deutlich niedriger als bei Drehschieberpumpen werden läßt.

Anwendungsgrenzen

Da bei hohen Ansaugdrücken die Temperatur stark ansteigt, ist der max. Ansaugdruck für Dauerbetrieb bei 100 mbar limitiert, wie in Abb. 2.76 dargestellt. Kurzzeitiger Betrieb oberhalb dieses Druckes wie z. B. beim Evakuieren größerer Rezipienten spielt keine Rolle.

Gasballastbetrieb

Eine vorhandene Gasballasteinrichtung erlaubt das Abpumpen kondensierbarer Dämpfe. Zur applikationsangepassten Nutzung kann die Gasballastmenge in 3 Stufen eingestellt werden. Die Gasballastmenge wird sinnvollerweise in die letzte (zur Atmosphäre verdichtenden) Kompressionsstufe eingespeist. Hier tritt wegen des hohen Druckes typischerweise die Kondensation von Dämpfen auf. Die oben gezeigte Gleichverteilung der Temperaturen verhindert bei Betrieb mit Gasballast innerhalb der Anwendungsgrenzen zuverlässig lokal auftretendes Kondensat.

Als Besonderheit ist in dem Gasballastventil ein Rückschlagventil eingebaut, welches sicher verhindert, daß unter Umständen bei Überkompression im Pumpeninnenraum gefährliche Prozessgase aus der Pumpe an die Umgebung gelangen können (Abb. 2.77b).

Als sinnvolle Ergänzung zu dem manuell einschaltbaren Gasballastventil kann an die Pumpe optional ein elektromagnetisch betriebenes Gasballastventil angebracht werden (s. Abb. 2.77a), welches z. B. über eine vorhandene Anlagensteuerung gezielt geschaltet werden kann. Hierdurch lassen sich neben Luft auch trockene, inerte Gase in den Pumpeninnenraum einschleusen. Geringe Anteile von Partikeln im Ansaugvolumenstrom können mit Hilfe dieses Gasstromes ebenfalls leichter „pneumatisch“ durch die Vakuumpumpe gefördert werden. Gefährliche Gase werden soweit verdünnt, daß unkritische Betriebszustände für die Pumpe sichergestellt werden können. Da das Ventil gezielt angesteuert werden kann, ist es möglich, daß in unterschiedlichen Betriebszuständen der Anlage ein stetiger Gasfluss (mit inerten Gasen) die Pumpe beispielsweise im Stillstand vor gefährlichen Kontaminationen bewahrt, die

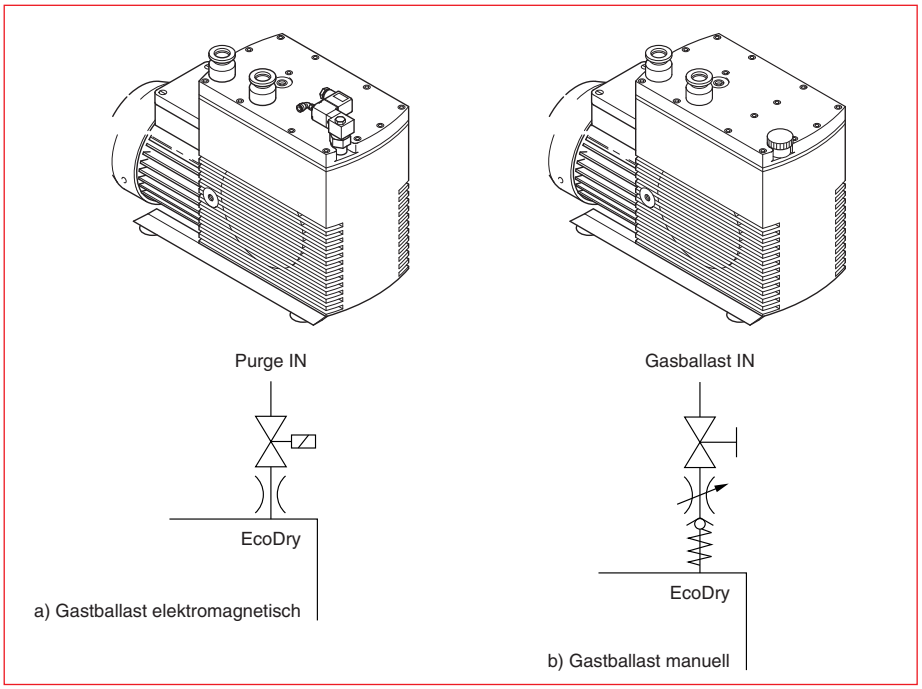


Abb. 2.77
Schematische Darstellung von verschiedenen Gasballastventilausführungen

sonst über den Auspuff in die Pumpe gelangen können.

Die Kombination eines elektromagnetisch betriebenen Gasballastventils und eines Gasballastventils mit Rückschlagventil bietet einen optimalen Schutz der Vakuumpumpe und stellt eine hohe Verfügbarkeit des Vakuums sicher. Das gilt besonders bei:

- Anfall von kondensierbaren Stoffen im Ansaugstrom
- Gefahr der Cross Kontamination bei Anschluss der Auspuffleitung an eine zentrale, von mehreren Pumpen benutzten Auspuffleitung
- Gefahr der Verunreinigung durch Partikelanfall im Ansaugvolumenstrom.

Ob der Einsatz von weiterem Zubehör, wie beispielsweise Staubfilter, Kondensatfallen etc. sinnvoll ist, muß für jeden spezifischen Anwendungsfall geprüft werden.

2.4.2.2 Pumpen mit Linearantrieb für kleinere Saugvermögen

Das Kolbenprinzip ist wegen seiner dichten Spalte hervorragend geeignet, auch Pumpen mit kleinerem Saugvermögen zu realisieren. Benötigt man z. B. eine Pumpe mit einem Saugvermögen < 10 m³/h, so nimmt der Kurbeltrieb einen unverhältnismäßig großen Raum ein. Dies lässt sich für saubere Anwendungen durch den Einsatz eines elektromagnetischen Antriebs vermeiden. Bei diesem Prinzip wird der Kolben als Schwingkolben mit ähnlichen konstruktiven Merkmalen (Beschichtung, Ventile, etc.) wie bei den größeren Kolbenpumpen ausgeführt.

Zur Minimierung des äußeren Schwingverhaltens erhält die Pumpe zwei Stufen mit entgegengesetzt schwingenden Kolben. Jeder Kolben wirkt beidseitig, so daß insgesamt vier Verdichtungskammern zur Verfügung stehen. Ein Permanentmagnet in der Mitte des Doppelschwingkolbens wird durch zwei feststehende Permanentmagnete in den beiden Kammern in eine Mittelstellung gedrückt. Der oszillierende Antrieb erfolgt durch das Magnetfeld von zwei feststehenden Auslenkspulen in den beiden Kammern. (Siehe Abb. 2.78)

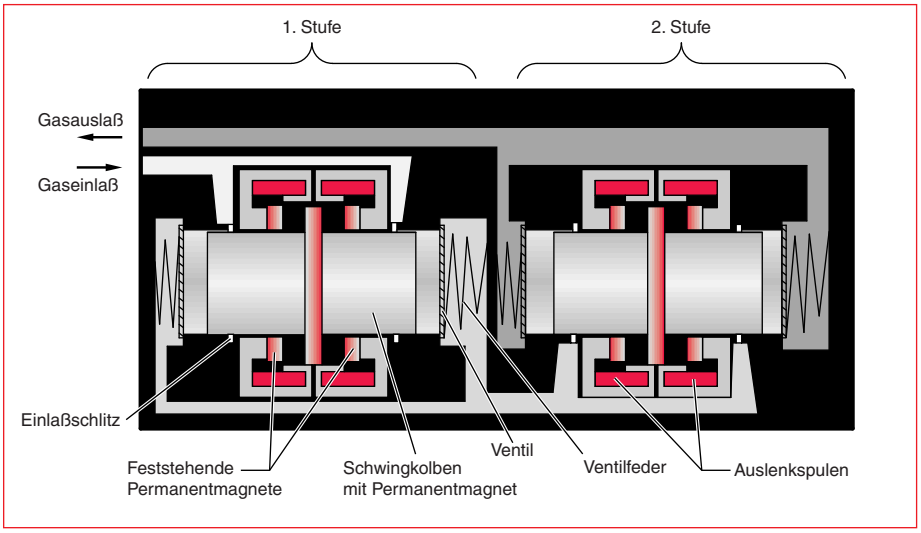


Abb. 2.78
Prinzipskizze einer Schwingkolbenpumpe mit Linearantrieb

2.5 Antriebsoptionen für mechanische Pumpen bei 1 Phasen-Netzen (Weltmotor für alle 1-Phasen-Spannungen)

Neben den genannten 3-Phasen- und 1-Phasen-Motoren ist für einen weltweiten Einsatz am 1-Phasen-Netz ein sogenannter Weltmotor verfügbar (Abb. 2.79 und 2.80). Dieser Motor kann für alle Vakuumpumpen mit 1-Phasen-Motoren eingesetzt werden.

Der Antrieb besteht aus einem Drehstrommotor mit integriertem Frequenzwandler. Der Frequenzwandler hat die Aufgabe aus einer variablen 1-Phasen-Spannung zwischen 90 und 264 V am Eingang eine konstante 3-Phasen-Spannung am

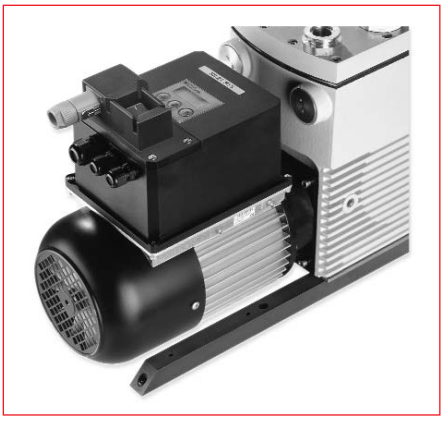


Abb. 2.79
EcoDry M mit Weltmotor

Abb. 2.80
TRIVAC B mit Weltmotor

Ausgang zu erzeugen. Unter diesen Bedingungen läuft der 3-Phasen-Motor mit optimalem Wirkungsgrad, und die üblichen Nachteile in den Randbereichen eines auf einen breiten Spannungsbereich ausgelegten 1-Phasen-Motors entfallen vollständig.

Somit ist beispielsweise eine EcoDry M mit diesem Motor ohne zusätzliche Einstellarbeiten am Motor an allen 1-Phasen-Netzen dieser Welt einsetzbar. Mit dem Frequenzwandler als Mittel zur Spannungsanpassung stehen außerdem noch weitere Vorteile zur Verfügung:

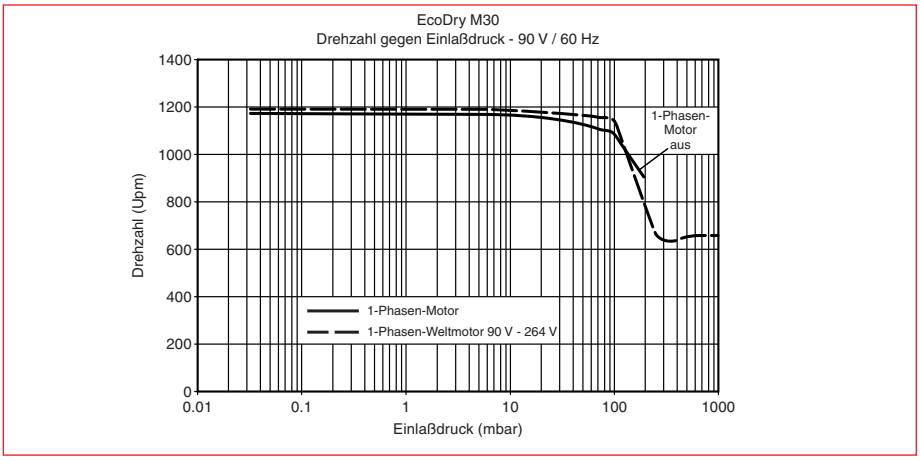


Abb. 2.81
Drehzahlverlauf als Funktion des Ansaugdrucks (Last)

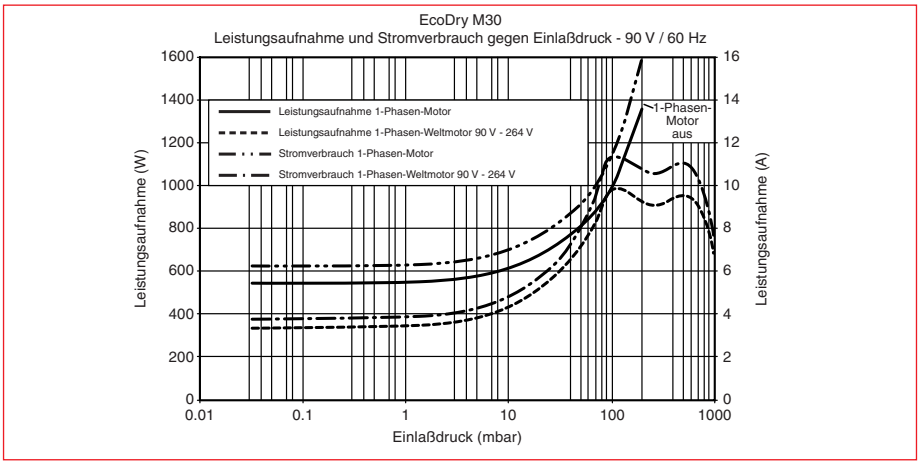


Abb. 2.82
Leistungsaufnahme einer EcoDry M 30 mit Einphasenmotor + Weltmotor

- Die Pumpe kann immer mit der max. Vakuumperformance betrieben werden, sowohl in 50 Hz als auch in 60 Hz-Netzen
- Wird das volle Saugvermögen zum Erreichen des Enddruckes oder des Arbeitsdruckes nicht mehr benötigt, (z. B. nach Evakuieren eines Rezipienten), kann die Drehzahl bis 750 min^{-1} reduziert werden (Stand-by-Betrieb)
- Mit Strom-, Temperatur, und Drehzahl werden alle wesentlichen Größen überwacht
- Serienmäßige Schnittstellen (z. B. Analog-Eingang) ermöglichen Fernüberwachung und Fernsteuerung des Antriebs

Das Kolbenprinzip mit seinen dichten Spalten wirkt sich sehr vorteilhaft aus, wenn die Drehzahl abgesenkt wird. Selbst bei deutlicher Drehzahlreduzierung bleibt der Enddruck im 10^{-2} mbar-Bereich.
Betreibt man die Pumpe mit Weltmotor oberhalb des erlaubten Dauereinlaßdruckes, reduziert sich automatisch die Drehzahl, so daß auch oberhalb des Betriebslimits mit 1-Phasen-Motoren noch ein reduziertes Saugvermögen zur Verfügung steht, siehe Abb. 2.81.
Abb. 2.82 zeigt als weiteren Vorteil bei Betrieb einer EcoDry M 30 mit Weltmotor die deutlich reduzierte Leistungsaufnahme im Vergleich zum Betrieb mit einem 1-Phasen-Motor.

3 Kinetische Vakuumpumpen

3.1 Treibmittelpumpen

Grundsätzlich sind hier zu unterteilen: Strahlpumpen wie Wasserstrahlpumpen (17 mbar < p < 1013 mbar) und Dampfstrahlpumpen (10^{-3} mbar < p <10^{-1} mbar), sowie Diffusionspumpen (p < 10^{-3} mbar). Strahlpumpen werden vorwiegend zum Erzeugen von Feinvakuum, Diffusionspumpen zum Erzeugen von Hoch- aber auch von Ultrahochvakuum verwendet. Beide Pumpenarten arbeiten mit einem schnell strömenden dampfförmigen oder flüssigen Treibmittel (Wasserstrahl sowie Wasserdampf, Öl- oder Quecksilberdampf). Die Wirkungsweise aller Treibmittelpumpen ist im Grunde ähnlich: Die abzusaugenden Gasteilchen gelangen aus dem Rezipienten in den Treibmittel-Strahl, der nach Durchtritt durch eine Düse expandiert. Die Teilchen des Treibmittelstrahles übertragen durch Stöße Impulse in Pumprichtung auf die Gasteilchen. Dadurch wird das abzupumpende Gas in einen Raum mit höherem Druck transportiert.

In den Treibmittelpumpen stellen sich während des Betriebes entsprechend der Treibmittelart und Temperatur sowie der Düsenausführung entsprechende Dampfdrücke ein, die z. B. bei Öldiffusionspumpen im Siederaum 1 mbar betragen können. Damit der Dampf ausströmen kann, muß der Vorvakuumdruck in der Pumpe hinreichend niedrig sein. Um dies zu gewährleisten, benötigen derartige Pumpen entsprechende, meist mechanische Vorvakuumpumpen. In den Rezipienten kann der Dampfstrahl nicht gelangen, da er nach dem Austritt aus der Düse an den gekühlten Außenwänden der Pumpe kondensiert wird.

Wolfgang Gaede hat als erster erkannt, daß Gase von verhältnismäßig niedrigem Druck mit Hilfe eines Dampfstrahles von wesentlich höherem Druck abgepumpt werden können, daß sich also die Gasmoleküle aus einem Gebiet niedrigen Totaldruckes in ein Gebiet hohen Totaldruckes bewegen. Dieser paradox erscheinende Tatbestand kommt dadurch zustande, daß der Dampfstrahl zunächst völlig gasfrei ist, so daß die Gase aus einem Gebiet höheren Gaspartialdruckes (dem Rezipienten) in ein Gebiet niedrigeren Gaspartialdruckes (den Dampfstrahl) diffundieren. Diese Grundvorstellungen Gaedes hat Irving Langmuir (1915) zur Konstruktion der ersten Diffusionspumpe im heutigen Sinne benutzt. Die ersten Diffusionspumpen waren Quecksilberdiffusionspumpen aus Glas, später aus Metall. In den 60er Jahren wurde Quecksilber als Treibmittel fast vollständig durch Öl verdrängt. Um möglichst hohe Dampfgeschwindigkeiten zu erreichen, ließ er den Dampfstrahl aus einer Düse mit Überschallgeschwindigkeit ausströmen. Der Treibmitteldampf, aus dem der Dampfstrahl besteht, wird anschließend an der gekühlten Gehäusewand kondensiert, während das geförderte Gas gewöhnlich in einer oder mehreren nachgeschalteten Stufen weiter komprimiert wird, bevor es von der Vorpumpe abgesaugt wird. Die Kompressionsverhältnisse, die man mit Treibmittelpumpen erreichen kann, sind sehr hoch: Wenn man am Ansaugstutzen der Treibmittelpumpe einen Druck von 10^{-9} mbar hat und ein Vorvakuum von 10^{-2} mbar, so wird das abgesaugte Gas um den Faktor 10^7 verdichtet!

Grundsätzlich ist der Enddruck von Treibmittelpumpen durch den Wert des Treibmittelpartialdruckes bei Betriebstemperatur der Pumpe begrenzt. Das versucht man durch Dampfsperren (**Baffle**) oder Kühlfallen zu verbessern. Dies sind „Kondensatoren“ zwischen Treibmittelpumpe und Rezipient, so daß der im Rezipienten erreichbare Enddruck dann durch den Treibmittelpartialdruck bei Baffle-Temperarur begrenzt wird.

Im wesentlichen sind die Typen der Treibmittelpumpen durch die Dichte des Treibmittelstrahls beim Austritt aus der hochvakuumseitigen Düse charakterisiert durch:

1. Niedrige Dampfstrahldichte:
   Diffusionspumpen

   Öl-Diffusionspumpen
   (Typenreihen: Leybold-Typenreihe DIP)
   Quecksilber-Diffusionspumpen
2. Hohe Dampfstrahldichte:
   Dampfstrahlpumpen

   Wasserdampf-Strahlpumpen
   Öldampf-Strahlpumpen
   Quecksilberdampf-Strahlpumpen
3. **Kombinierte Öl-Diffusions-/Dampfstrahlpumpen**
4. **Wasserstrahlpumpen**

Kühlung von Treibmittelpumpen
Die Wärme, die zur Verdampfung des Treibmittels den Pumpen dauernd zugeführt wird, muß durch eine wirksame Kühlung wieder abgeführt werden. Die zum Abpumpen der Gase und Dämpfe benötigte Energie ist dagegen minimal. Die Außenwände der Diffusionspumpen werden meist mit Wasser gekühlt. Bei Öl-Diffusionspumpen können kleinere Pumpen auch mit einem Luftstrom gekühlt werden, da bei Öl-Diffusionspumpen eine niedrige Wandtemperatur nicht so entscheidend für den Wirkungsgrad der Pumpe ist, wie dies bei Quecksilber-Diffusionspumpen der Fall war. Öl-Diffusionspumpen können gut Wandtemperaturen von 30 °C vertragen, dagegen müssen die Wände der Quecksilber-Diffusionspumpen auf 15 °C gekühlt werden. Um die Pumpe vor Schäden bei Kühlwasserausfall zu bewahren, sollten entweder die Kühlwasserschlangen mit Thermoschutzschalter versehen sein oder ein Wasserströmungswächter in den Kühlwasserkreislauf eingebaut werden. Hierdurch wird vermieden, daß das Treibmittel bei unzulässig hoher Erwärmung der Pumpwände dort wieder verdampft.

3.1.1 (Öl-)Diffusionspumpen

Die Diffusionspumpen bestehen im wesentlichen (siehe Abb. 3.1) aus einem Pumpenkörper (3) mit gekühlter Wand (4) und einem drei- oder vierstufigen Düsensystem (A – D). Das als Treibmittel dienende Öl befindet sich im Siedegefäß (2) und wird hier durch elektrische Heizung (1) verdampft. Der Treibmitteldampf strömt durch die Steigrohre und tritt mit Überschallgeschwindigkeit aus einem ringförmigen Düsensystem (A – D) aus. Der Strahl verbreitert sich schirmförmig zur Wand hin, wo er kondensiert wird und als Flüssigkeitsfilm wieder in den Siederaum zurückfließt. Wegen dieser Ausbreitung ist die Dampfdichte im Strahl verhältnismäßig gering. Die Diffusion der Luft oder der abzupumpenden Gase in den Strahl geht so schnell vor sich, daß der Strahl trotz seiner hohen Geschwindigkeit nahezu vollständig mit Luft oder Gas durchsetzt wird. Diffusionspumpen haben daher in einem weiten Druckbereich ein hohes Saugvermögen. Dieses ist im gesamten Arbeitsbereich der Diffusionspumpe (≤ 10^{-3} mbar) praktisch

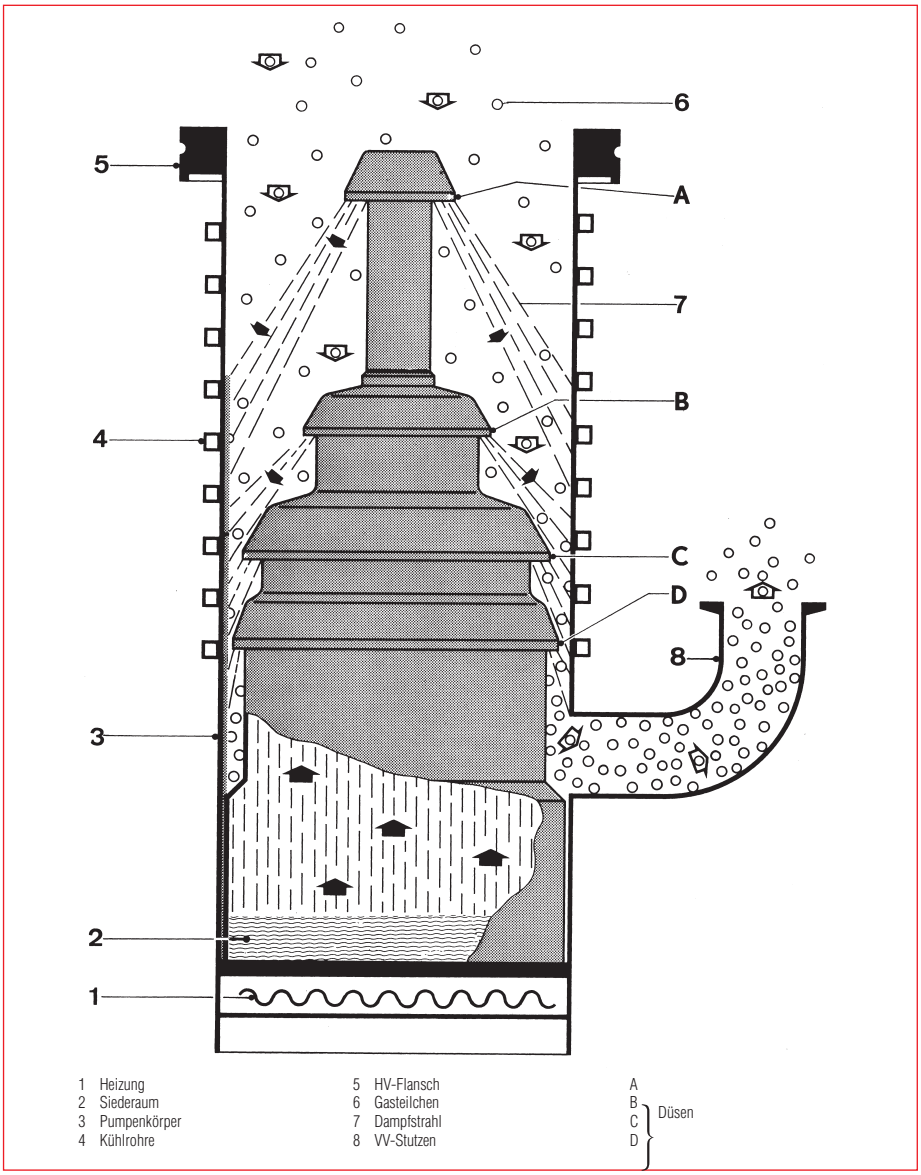


Abb. 3.1
Arbeitsweise einer Diffusionspumpe

konstant, weil die Luft bei niedrigen Ansaugdrücken den Strahl nicht beeinflussen kann, so daß sein Strömungsverlauf ungestört bleibt. Bei höheren Ansaugdrücken wird der Strahl in seinem Verlauf so geändert, daß das Saugvermögen abnimmt, bis es bei etwa 10^{-1} mbar unmeßbar klein wird.

Auch der vorvakuumseitige Druck beeinflußt den Dampfstrahl. Den Vorvakuumdruck, bei dem das Saugvermögen der Pumpe erheblich abnimmt, oder ganz verschwindet, nennt man Vorvakuumbeständigkeit. Die Vorvakuumpumpe ist so auszuwählen (siehe Abschnitt 5.2.4), daß die anfallende Gasmenge abgepumpt wird, ohne daß die Vorvakuumbeständigkeit erreicht oder überschritten wird.

Der erreichbare Enddruck ist von der Bauart der Pumpen, dem Dampfdruck des verwendeten Treibmittels, einer möglichst vollständigen Kondensation des Treibmittels und von der Sauberkeit des Rezipienten abhängig. Außerdem sollte eine Rückströmung des Treibmitteldampfes in den Rezipienten durch geeignete Dampfsperren oder Kühlfallen so weit wie möglich unterdrückt werden (siehe hierzu 3.1.4).

Entgasung des Pumpenöles

Bei Öl-Diffusionspumpen ist es erforderlich, das Treibmittel vor dessen Rückkehr in das Siedegefäß zu entgasen. Beim Erhitzen des Pumpenöles können nämlich in der Pumpe Zersetzungsprodukte auftreten. Verunreinigungen können aus dem Rezipienten in die Pumpe gelangen oder von vornherein in ihr enthalten sein. Diese Bestandteile des Treibmittels können den mit einer Diffusionspumpe erreichbaren Enddruck erheblich verschlechtern, wenn sie nicht vom Rezipienten ferngehalten werden. Das Treibmittel muß daher von diesen Verunreinigungen und von absorbierten Gasen befreit werden.

Diese Aufgabe hat die **Entgasungsstrecke**, die das Öl bei seinem Kreislauf in der Pumpe kurz vor dem Wiedereintritt in das Siedegefäß durchströmt. In der Entgasungsstrecke entweichen die meist leicht flüchtigen Verunreinigungen. Die Entgasung wird durch die sorgfältig abgestimmte Temperaturverteilung in der Pumpe erreicht. Das kondensierte Treibmittel, das als dünner Film die gekühlte Wand herunterfließt, wird unterhalb der unteren Diffusionsstufe auf eine Temperatur von etwa 130 °C gebracht, wobei die leichtflüchtigen Bestandteile abdampfen und von der Vorpumpe abgesaugt werden. Das in den Siederaum zurückfließende und dort wieder verdampfende Treibmittel besteht also nur noch aus schwer flüchtigen Bestandteilen des Pumpenöles.

Saugvermögen

Die Größe des spezifischen Saugvermögens S einer Diffusionspumpe, d.h. des Saugvermögens pro Flächeneinheit der tatsächlichen Ansaugfläche, hängt von vielen Parametern ab, z.B. von der Lage und den Abmessungen der Hochvakuumstufe, von der Geschwindigkeit des Treibmitteldampfes und der mittleren Molekül-Geschwindigkeit $\bar{c}$ des abzupumpenden Gases (siehe Formel 1.17 in Abschnitt 1.6.1). Mit Hilfe der kinetischen Gastheorie berechnet sich das theoretisch maximal erreichbare flächenbezogene Saugvermögen für bei Zimmertemperatur abzupumpende Luft zu $S_{max} = 11{,}6\ \ell \cdot s^{-1} \cdot cm^{-2}$. Dies ist der flächenbezogene Leitwert des als Blende auffaßbaren Ansaugquerschnittes der Pumpe (siehe Formel 1.30 in Abschnitt 1.8.1). Ganz allgemein haben Diffusionspumpen für leichtere Gase ein höheres Saugvermögen als für schwerere Gase.

Zur Charakterisierung der Effektivität einer Diffusionspumpe wurde der sogenannte HO-Faktor definiert. Dieser ist das Verhältnis des wirklich erreichten spezifischen Saugvermögens zum theoretisch maximal möglichen spezifischen Saugvermögen.

Kinetische Vakuumpumpen

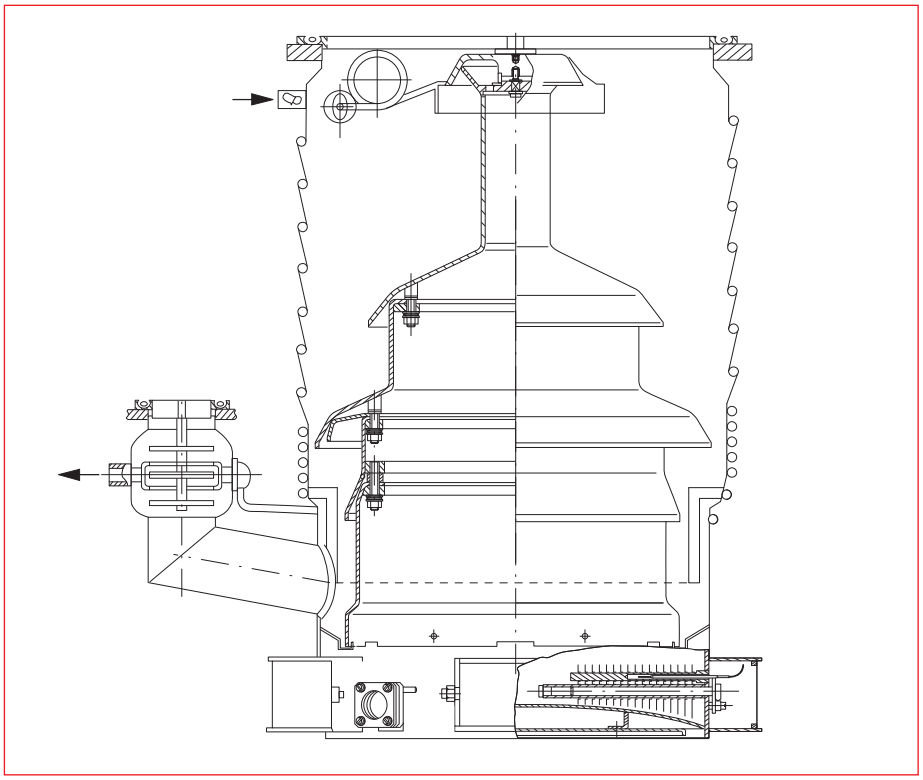


Abb. 3.2
Leybold DIP-Pumpe

Er erreicht bei den Diffusionspumpen von LEYBOLD optimale Werte (von 0,3 bei der kleinsten Pumpe bis 0,55 bei den großen Pumpen).

Entsprechend den Marktanforderungen hat Leybold eine Reihe großer, wassergekühlter Öl-Diffusionspumpen entwickelt. Diese Pumpenreihe steht mit einem Saugvermögen von 3000 bis 50.000 $\ell \cdot s^{-1}$ zur Verfügung und ist insbesondere für industrielle Hochvakuumanwendungen mit großem Saugvermögen geeignet.

Hochvakuumanwendungen mit geringerem Saugvermögensbedarf werden heute zunehmend mit kleinen Turbo-Molekularpumpen bestückt, die neben der unabhängigen Einbaulage, auch ohne zusätzliche Kühlfallen (Baffle), ein kohlenstofffreies Vakuum erzeugen.

Die konstuktiven Merkmale der Typenreihe DIP sind in Abb. 3.2 dargestellt.

Leybold-Typenreihe DIP
Bei diesen Pumpen wird eine extrem stoßfreie Verdampfung des Treibmittels und damit ein zeitlich sehr konstantes Saugvermögen durch eine außergewöhnliche Konstruktion der Heizung erzielt. Die Heizung ist als Innenheizung ausgebildet und besteht aus Heizpatronen, die in Rohre mit aufgelöteten Wärmeleitblechen eingeführt sind. Die aus Edelstahl gefertigten Rohre sind waagerecht in den Pumpenkörper eingeschweißt und liegen über dem Ölspiegel. Die Wärmeleitbleche aus Kupfer tauchen nur teilweise in das Treibmittel ein. Der in das Treibmittel hineinragende Teil der Wärmeleitbleche ist so bemessen, daß eine intensive, jedoch siedeverzugsfreie Verdampfung des Treibmittels erreicht wird. Durch die über dem Ölspiegel stehenden Teile der Wärmeleitbleche wird dem Treibdampf noch zusätzlich Energie zugeführt. Auf Grund der besonderen Konstruktion der Heizvorrichtung ist das Austauschen der Heizpatronen auch bei heißer Pumpe möglich. Abb. 3.3a und 3.3b zeigen die Saugvermögens- und Saugleistungskurven der LEYBOLD-Typenreihe DIP.

3.1.2 (Öl-)Dampfstrahlpumpen

Der Pumpmechanismus einer Dampfstrahlstufe sei anhand von Abb. 3.4 erläutert. Der Treibmitteldampf tritt unter hohem Druck p_1 in die als Lavaldüse ausgebildete Treibdüse (1) ein. Dort wird er auf den Ansaugdruck p_2 expandiert. Mit dieser Expansion ist dem Energiesatz zufolge eine Erhöhung der Geschwindigkeit verbunden.

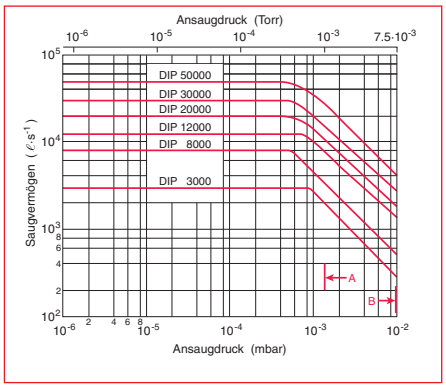


Abb. 3.3a
Saugvermögen der verschiedenen Leybold DIP-Pumpen in Abhängigkeit vom Ansaugdruck.
Ende des Arbeitsbereiches von Öldampfstrahlpumpen (A) und von Öldiffusionspumpen (B)

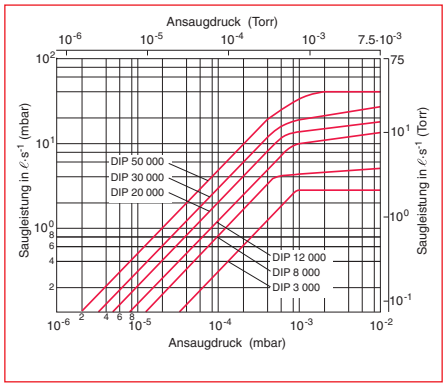
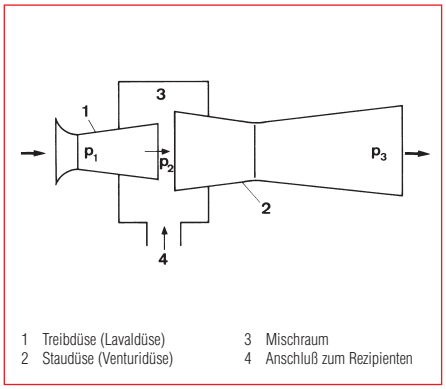
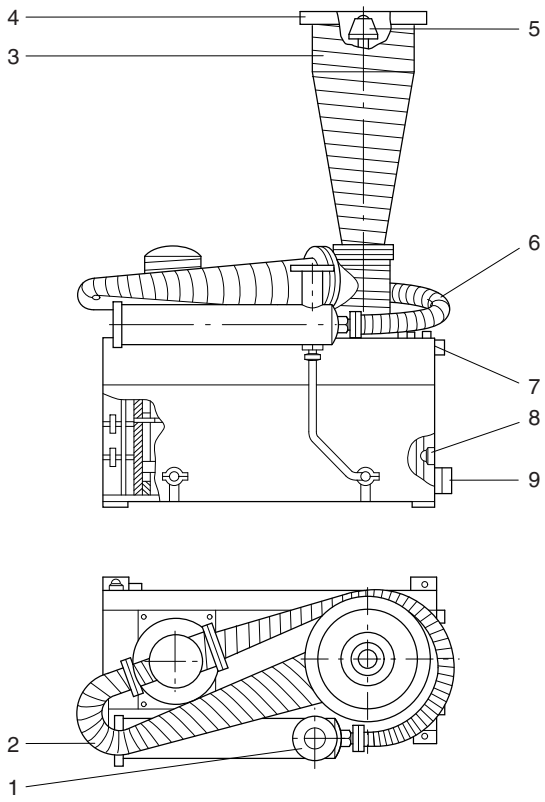


Abb. 3.3b
Saugvermögen verschiedener Treibmittelpumpen (abgeleitet aus Abb. 3.3a)



1 Treibdüse (Lavaldüse)
2 Staudüse (Venturidüse)
3 Mischraum
4 Anschluß zum Rezipienten

Abb. 3.4
Wirkungsweise einer Dampfstrahlstufe



1 Vorvakuum-Anschluß
2 Diffusor 2
3 Diffusor 1
4 Hochvakuum-Anschluß
5 Düsenhutdampfsperre
6 Diffusor 3
7 Kühlwasser-Anschluß
8 Ölschauglas
9 Ölablaßstutzen

Abb. 3.5
Schema einer Öldampfstrahl-(Booster-)Pumpe

Der so beschleunigte Treibmitteldampfstrahl durchströmt jetzt den Mischraum (3), der mit dem zu evakuierenden Rezipienten (4) verbunden ist. Aus dem Rezipienten kommende Gasteilchen werden hier vom Dampfstrahl mitgerissen. Das Gemisch Treibmitteldampf-Gas tritt nun in die als Venturi-Düse ausgebildete Staudüse (2) ein. Hier wird das Dampf-Gas-Gemisch bei gleichzeitiger Abnahme der Strahlgeschwindigkeit auf den Vorvakuumdruck p_3 komprimiert. An den gekühlten Pumpenwänden wird der Treibmitteldampf dann kondensiert, während das mitgeführte Gas von der Vorvakuumpumpe abgesaugt wird. Öl-Dampfstrahlpumpen eignen sich zum Absaugen größerer Gas- oder Dampfmengen im Druckbereich zwischen 1 mbar und 10^{-3} mbar. Die höhere Dampfstrahldichte in den Düsen bewirkt, daß die Diffusion des abzupumpenden Gases in den Dampfstrahl viel langsamer vor sich geht als bei Diffusionspumpen, so daß nur seine äußersten Schichten mit Gas durchsetzt sind. Außerdem ist die Fläche, in die eine Diffusion erfolgt, durch die besondere Konstruktion der Düsen viel kleiner. Das spezifische Saugvermögen der Dampfstrahlpumpen ist geringer als das der Diffusionspumpen. Da das abgesaugte Gas in der Umgebung des Strahles unter dem wesentlich höheren Ansaugdruck den Verlauf der Stromlinien entscheidend beeinflußt, ergeben sich nur für einen bestimmten Ansaugdruck optimale Verhältnisse. Daher bleibt das Saugvermögen nach niedrigen Ansaugdrücken hin nicht konstant. Infolge der hohen Geschwindigkeit und Dichte des Dampfstrahles können Öldampf-Strahlpumpen die abgepumpten Gase gegen einen relativ hohen Vorvakuumdruck fördern. Die Vorvakuumbeständigkeit liegt bei einigen Millibar. Die heute in der Vakuumtechnik verwendeten Öldampf-Strahlpumpen haben im allgemeinen eine oder mehrere Diffusionsstufen und mehrere nachgeschaltete Dampfstrahlstufen. Das Düsensystem einer Öldampf-Strahlpumpe (auch als Boosterpumpe bezeichnet) besteht aus zwei Diffusionsstufen und aus zwei hintereinander geschalteten Dampfstrahlstufen (siehe Abb. 3.5). Die Diffusionsstufen bewirken zwischen 10^{-4} und 10^{-3} mbar das hohe Saugvermögen, die Dampfstrahlstufen den hohen Gasdurchsatz bei hohen Drücken und die hohe Vorvakuumbeständigkeit. Die Unempfindlichkeit gegen Staub und im Treibmittel lösliche Dämpfe wird durch ein geräumiges Siedegefäß und einen großen Treibmittelvorrat erreicht. Es können große Mengen an Verunreinigungen im Siedegefäß ohne Verschlechterung der Pumpeigenschaften abgelagert werden.

3.1.3 Treibmittel

a) Öle

Die für Öl-Diffusionspumpen geeigneten Treibmittel sind Mineralöle, Silikonöle und Öle auf der Basis von Polyphenyläthern. An solche Öle sind mit Rücksicht auf ihre vakuumtechnische Anwendung eine Reihe strenger Forderungen zu stellen, deren Erfüllung nur von Spezialölen gewährleistet wird. Die Eigenschaften dieser Öle, wie niedriger Dampfdruck, thermische und chemische Resistenz, insbesondere gegenüber Luft oder anderen abzupumpenden Gasen, bestimmen die Auswahl, welches Öl in einer bestimmten Pumpentype oder zur Erzielung eines bestimmten Endvakuums verwendet werden soll. Der Dampfdruck von Ölen, die in Treibmitteldampfpumpen verwendet werden, ist geringer als der des Quecksilbers. Organische Treibmittel sind allerdings im Betrieb empfindlicher als Quecksilber, da sich die Öle bei längeren Lufteinbrüchen zersetzen können. Silikonöle halten jedoch auch länger andauernde und häufige Lufteinbrüche bei laufender Pumpe aus.

Mineralöle stehen als **DIFFELEN leicht**, **normal** und **ultra** zur Verfügung. Die verschiedenen Sorten von DIFFELEN sind eng eingestellte Fraktionen eines hochwertigen Ausgangsproduktes.

Silikonöle (z. B. **DC 704**, **DC 705**) sind definierte chemische Verbindungen (organische Polymere). Sie zeichnen sich durch große Beständigkeit gegen Oxidation bei Lufteinbrüchen und durch besondere thermische Stabilität aus.

DC 705 hat einen extrem niedrigen Dampfdruck und eignet sich daher als Treibmittel in solchen Diffusionspumpen, mit denen extrem niedrige Enddrücke < 10^{-10} mbar erzeugt werden sollen.

ULTRALEN ist ein Polyphenyläther. Dieses Treibmittel ist immer dann zu empfehlen, wenn ein besonders oxidationsbeständiges Treibmittel verwendet werden muß und Silikonöle störend wirken würden.

b) Quecksilber
Quecksilber ist als Treibmittel gut geeignet, da es sich als chemisches Element beim Verdampfen weder zersetzen noch bei Lufteinbrüchen stark oxidieren kann. Da es bei Zimmertemperatur einen recht hohen Dampfdruck von 10^{-3} mbar hat, sind zum Erreichen niedriger Endtotaldrücke Kühlfallen mit flüssigem Stickstoff notwendig. Mit ihrer Hilfe kann man auch mit Quecksilber-Diffusionspumpen Endtotaldrücke von 10^{-10} mbar erreichen. Wegen der schon erwähnten Giftigkeit und der Umweltbelastung wird Quecksilber heute kaum noch als Treibmittel verwendet.
Dampfdruckkurven von Treibmitteln sind in Abb. 13.12, Technische Daten in Tabelle 13.16e (Abschnitt 13) zu finden.

3.1.4 Treibmittelrückströmung und ihre Unterdrückung (Dampfsperren, Baffle)

Die Rückströmung von Treibmittelmolekülen entsteht dadurch, daß aus dem Dampfstrom der obersten Düse einer Diffusionspumpe Treibmittelmoleküle nicht nur in der Strömungsrichtung zur gekühlten Pumpenwand fliegen, sondern durch Stöße untereinander Rückwärtskomponenten erhalten und dadurch in die Richtung zum Rezipienten hin strömen können. Bei den DIP-Pumpen beträgt die Ölrückströmung wenige Mikrogramm je cm^2 Ansaugfläche in der Minute. Um diese Rückströmung möglichst vollständig zu verhindern, müssen gleichzeitig verschiedene Maßnahmen ergriffen werden:

a) Die hochvakuumseitige Düse und die Form des diese Düse umgebenden Teiles des Pumpenkörpers müssen so ausgebildet sein, daß auf dem Weg des Dampfstrahls vom Düsenaustritt zur gekühlten Pumpenwand möglichst wenige Dampfteilchen seitlich austreten.

b) Die Kühlung der Pumpenwand muß so gewählt werden, daß eine möglichst vollständige Kondensation des Treibmitteldampfes erfolgt und das Treibmittel nach der Kondensation gut abfließen kann.

c) Zwischen Pumpe und Rezipient müssen je nach gefordertem Enddruck ein oder mehrere gekühlte Treibmittelfänger, Dampfsperren (Baffle) oder Kühlfallen eingebaut werden.

An die Konstruktion von Dampfsperren oder Kühlfallen für Öl-Diffusionspumpen sind vor allem zwei Forderungen zu stellen: Einmal sollen möglichst alle rückströmenden Treibmitteldampfteilchen an gekühlten Oberflächen dieser Geräte haftenbleiben (kondensieren). Andererseits müssen die Kondensationsflächen so ausgebildet und geometrisch angeordnet sein, daß der Strömungsleitwert dieser „Baffle“ (Dampfsperre und Kühlfalle) für das abzusaugende Gas möglichst hoch ist. Diese beiden Forderungen werden unter dem Begriff „optisch dicht“ zusammengefaßt. Damit ist gemeint, daß die Teilchen nicht ohne Wandstöße durch das Baffle gelangen können, obwohl das Baffle einen hohen Leitwert hat. Die Umsetzungung dieser Idee hat zu einer Vielfalt von Konstruktionen geführt, die mehr der einen oder der anderen Forderung Rechnung tragen:

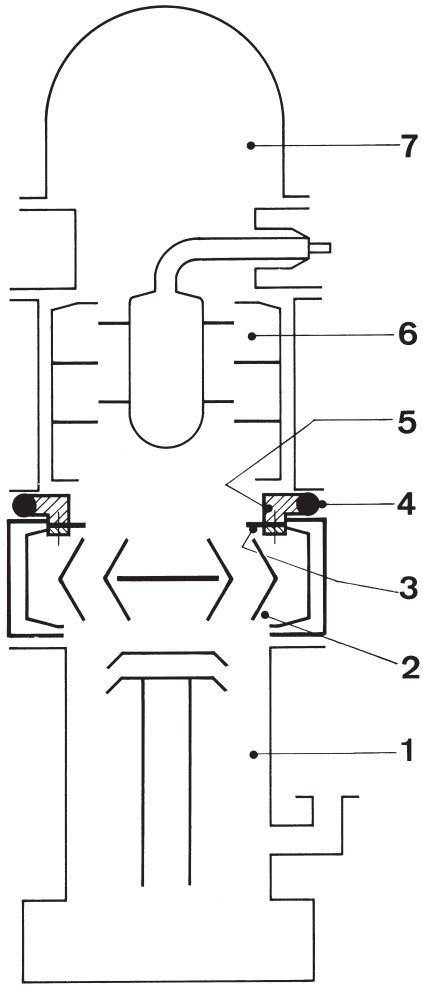
Eine **Düsenhut-Dampfsperre** ist so konstruiert, daß sie im Pumpenkörper unmittelbar über der hochvakuumseitigen Düse montiert werden kann. Dabei steht sie über Metall hoher Wärmeleitfähigkeit in gutem Wärmekontakt mit der gekühlten Pumpenwand, so daß sie sich praktisch auf Kühlwassertemperatur oder bei luftgekühlten Diffusionspumpen auf Raumtemperatur befindet. Bei den DIP-Pumpen ist die Düsenhutdampfsperre wassergekühlt und fest in den Pumpenkörper eingebaut. Das effektive Saugvermögen einer Diffusionspumpe wird bei Einbau einer Düsenhutdampfsperre um etwa 10 %, die Ölrückströmung aber um etwa 90–95% reduziert.

Schalen-Dampfsperren bestehen aus konzentrisch angeordneten Schalen und einer zentralen Prallplatte. Bei entsprechender Kühlung durch Wasser oder – bei Anschluß geeigneter Kältemaschinen – durch Kältemittel können hiermit nahezu völlig öldampffreie Vakua erzeugt werden. Das effektive Saugvermögen der Diffusionspumpe bleibt dabei zumindest zu 50 % erhalten, obwohl Schalendampfsperren optisch dicht sind. Derartige Schalendampfsperren wurden bei LEYBOLD mit Kühleinsätzen aus Kupfer als sogenannte Astrotorus-Dampfsperren entwickelt. Die Gehäuse der erstgenannten Type sind vollständig aus Edelstahl gefertigt.

Platten-Dampfsperrren werden bei kleineren luftgekühlten Öl-Diffusionspumpen verwendet. Der luftgekühlte Kühleinsatz besteht hierbei aus einer Kupferplatte mit Kupferstegen zur Gehäusewand. Die Temperatur der Prallplatte bleibt dadurch während des Betriebes der Diffusionspumpe nahezu auf Raumtemperatur.

Kohlenwasserstoffreies Vakuum
Werden an mit Öl-Diffusionspumpen erzeugte Vakua extreme Anforderungen bezüglich Öl-Dampffreiheit gestellt, so sollte man **Kühlfallen** verwenden, die mit flüssigem Stickstoff, also bei einer Temperatur von –196 °C betrieben werden.

Bei Verwendung tiefgekühlter Dampfsperren oder Kühlfallen sollte stets eine Düsenhutdampfsperre mit verwendet werden. An ihr wird der größte Teil des rückströmenden Öles bereits kondensiert, so daß der zwangsläufig durch die feste Kondensation des Treibmitteldampfes an der tiefgekühlten Fläche entstehende Treibmittelverlust minimal bleibt. Bei längerem Dauerbetrieb ist es allerdings ratsam an Stelle der Düsenhutdampfsperre eine wassergekühlte Schalen- oder Rasterdampfsperre zwischen Diffusionspumpe und Tiefkühl-Dampfsperre bzw. Kühlfalle einzubauen (siehe Abb. 3.6). Diese Kühlfallen sind immer dann einzusetzen, wenn auch ohne Verwendung einer Nachfüllvorrichtung für flüssigen Stickstoff eine Kühlfalle längere Zeit betrieben werden soll. Der Temperaturanstieg am Kühlmittelbehälter einer Kugelkühlfalle ist während der relativ langen Standzeit so gering, daß bei fallendem Flüssigkeitsspiegel keine nennenswerte Desorption des Kondensats erfolgt. Pumpenseitig ist eine Prallplatte aus Kupfer angebracht durch deren tiefe Temperatur der größte Teil des kondensierten Treibmittels flüssig bleibt und in die Pumpe zurücktropfen kann. Da die heute zum Betrieb von Diffusionspumpen verwendeten Öle bereits bei Zimmertemperatur einen sehr niedrigen Dampfdruck haben (z. B. DIFFELEN leicht $2 \cdot 10^{-8}$ mbar, DC 705 $4 \cdot 10^{-10}$ mbar) ließe sich unter der angegebenen Voraussetzung mit einer mit flüssigem Stickstoff gekühlten Dampfsperre oder Kühlfalle ein nahezu ölfreies Vakuum erzielen. In der Praxis allerdings läßt sich eine vollständige Unter-



1 Diffusionspumpe mit Düsenhutdampfsperre (kontaktgekühlt)
2 Schalen- oder Rasterdampfsperre
3 Kriechbarriere
4 Dichtung
5 Tragring
6 LN_2 -Kühlfalle
7 Rezipient

Abb. 3.6
Anordnung von Dampfsperre, Kriechbarriere und Kühlfalle über einer Diffusionspumpe (schematisch)

drückung der Ölrückströmung nie erreichen: Es gelangen nämlich immer einige Treibmittelmoleküle durch Zusammenstöße untereinander in den Rezipienten, ohne je eine der gekühlten Flächen der Dampfsperre oder Kühlfalle getroffen zu haben. Außerdem gibt es immer einige wenige leichtflüchtige Bestandteile des Treibmittels, die selbst an sehr tiefgekühlten Flächen nicht kondensiert werden können. Temperatur und auf den Oberflächen des Rezipienten adsorbierte Dampfmoleküle bestimmen entscheidend den Druck im Rezipienten. Solange sich nach einem Ausheizprozeß die Oberflächen noch nicht völlig mit adsorbierten Treibmitteldampf-Molekülen belegt haben, trägt ihr Dampfdruck nur unwesentlich zum Druck im Rezipienten bei. Sobald sich aber nach einer gewissen Zeit, der sogenannten „stay-down Zeit", eine zusammenhängende Schicht von Ölmolekülen ausgebildet hat, wird der Enddruck praktisch durch den Dampfdruck des Treibmittels bei der Temperatur der Rezipientenwände bestimmt. Diese „stay-down Zeit" (Haltezeit) kann bei Verwendung von Tiefkühl-Dampfsperren viele Stunden, ja sogar Tage betragen.

Außer als Dampf kann Öl auch als Flüssigkeitsfilm in den Rezipienten gelangen, da Öl gut benetzt und daher an der Wand hochkriecht. Durch Einbau einer **Kriechbarriere** (s. Abb. 3.6) aus Teflon, einem Material, das von Öl nicht benetzt wird und Ausheiztemperaturen bis zu 200 °C verträgt, oder durch Einsetzen eines gekühlten Bleches in den Kriechweg, kann ein Weiterkriechen des Öls wirkungsvoll verhindert werden. Zweckmäßigerweise wird die Kriechbarriere über der oberen Dampfsperre angebracht (s. Abb. 3.6).

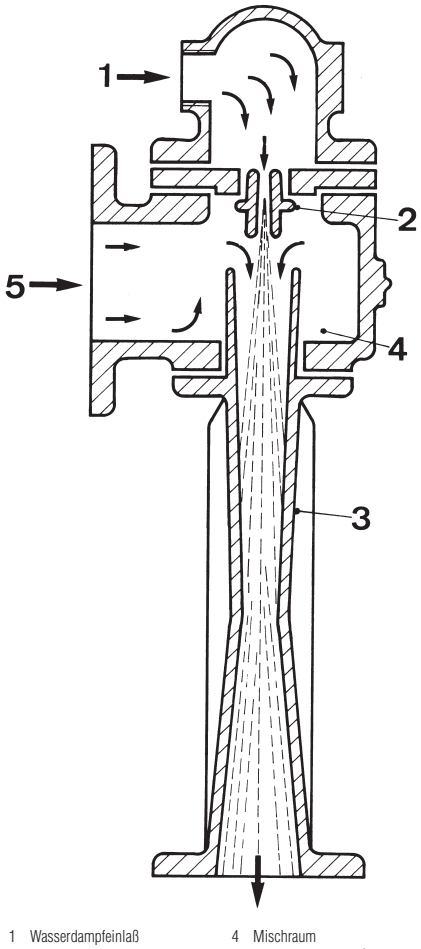
Hinweis:
Es ist zu beachten, daß katalogmäßige Angaben über die Ölrückströmung für Öl-Diffusionspumpen im Dauerbetrieb gelten. Kurz nach der Inbetriebnahme einer Pumpe tritt aus der obersten Pumpendüse noch kein gerichteter Dampfstrahl aus, sondern einige Sekunden lang breitet sich der Öldampf nach allen Seiten aus, und die Ölrückströmung ist stark. Wenn eine Öl-Diffusionspumpe in kurzen Abständen an- und abgeschaltet wird, ist die Ölrückströmung der Diffusionspumpe höher.

3.1.5 Wasserstrahl- und Wasserdampfstrahlpumpen

Zu den Treibmittelpumpen gehören nicht nur solche Pumpen, die als Treibmittel schnell strömenden Dampf benutzen. Auch Flüssigkeitsstrahlpumpen gehören hierzu. Die einfachsten und billigsten Vakuumpumpen sind die **Wasserstrahlpumpen.**

Wie bei einer Dampfstrahlpumpe (siehe Abb. 3.7) wird der Flüssigkeitsstrahl zuerst in einer Treibdüse entspannt und dann im Mischraum mit dem angesaugten Gas durch Turbulenz vermischt. Schließlich wird die Bewegung des Wasser-Gas-Gemisches in einer Staudüse verlangsamt. Der Endtotaldruck in einem Behälter, der von einer Wasserstrahlpumpe ausgepumpt wird, ist durch den Dampfdruck des Wassers bestimmt und beträgt beispielsweise bei einer Wassertemperatur von 15 °C etwa 17 mbar.

Wasserdampfstrahlsauger erlauben wesentlich höhere Saugvermögen und niedrigere Enddrücke zu erzielen. Den Schnitt durch eine Stufe zeigt schematisch die Abb. 3.7. Die Bezeichnungen entsprechen denen der Abb. 3.4. In der Praxis werden meist mehrere Saugstufen hintereinander geschaltet. Für Laboratoriumsarbeiten eignen sich zweistufige Kombinationen, bestehend aus einer Dampfstrahlstufe und einer Wasserstrahl(vor)stufe, die aus Glas bestehen kann. Die Wasserstrahlvorstufe ermöglicht das Arbeiten ohne andere Vorvakuumpumpen. Mit Hilfe eines auf Überdruck befindlichen Treibdampfstromes kann der Rezipient durch den Dampfstrahlsauger auf einen Enddruck von etwa 3 mbar evakuiert werden. Das Kondensat des Wasserdampfes



1 Wasserdampfeinlaß
2 Treibdüse
3 Staudüse
4 Mischraum
5 Rezipientenanschluß

Abb. 3.7
Schema eines Dampfstrahlsaugers

wird durch eine Ablaßvorrichtung abgeleitet. Die Wasserstrahlvorstufe dieser Pumpe wird zur Erhöhung ihrer Leistungsfähigkeit mit Wasser gekühlt. Wasserdampfstrahlsauger eignen sich besonders für Arbeiten in Laboratorien und dann, wenn hochaggressive Dämpfe abgepumpt werden sollen. Insbesondere ist der Wasserdampfstrahlsauger zum Auspumpen von Laboratoriums-Destillationsapparaten und ähnlichen Anlagen zu empfehlen, die bei einem Druck von wenigen Millibar arbeiten sollen – dann also, wenn der mit einer einfachen Wasserstrahlpumpe erreichbare Druck nicht ausreicht, andererseits aber die Verwendung von Rotationspumpen zu aufwendig ist.

Wasserstrahlpumpen und Wasserdampfstrahlsauger werden in Laboratorien trotz der geringeren Investitionskosten wegen den mit Wasser als Treibmittel verbundenen Umweltproblemen mehr und mehr von Membranpumpen verdrängt. Das Wasser als Treib- oder Kühlmittel für Pumpen ist meist Trinkwasser. Durch den Pumpprozeß in das Wasser gelangte Lösungsmittel können nur durch aufwendige Reinigungsverfahren (Destillation) wieder entfernt werden.

3.2 Turbo-Molekularpumpen

3.2.1 Überblick

Das bereits seit 1913 bekannte Prinzip der Molekularpumpe beruht darauf, daß die einzelnen abzupumpenden Gasteilchen durch Zusammenstöße mit schnell bewegten Flächen eines Rotors einen Impuls in Förderrichtung erhalten. Die meist als Scheiben ausgebildeten Flächen des Rotors bilden mit den ruhenden Flächen eines Stators Zwischenräume, in denen das Gas in Richtung des Vorvakuumstutzens gefördert wird. Bei der ursprünglichen **Gaede'schen Molekularpumpe** und deren Abwandlungen waren die Zwischenräume (Förderkanäle) sehr eng, was zu baulichen Schwierigkeiten und zu einer hohen Anfälligkeit gegenüber mechanischen Verunreinigungen führte.

Ende der fünfziger Jahre gelang es, mit einer turbinenartigen Konstruktion diese Idee von Gaede in abgewandelter Form als sogenannte „Turbo-Molekularpumpe“ technisch nutzbar zu machen. Die Abstände zwischen den Stator- und Rotorscheiben wurden auf die Größenordnung von Millimetern gebracht, wodurch die einzuhaltenden Toleranzen wesentlich größer sein können und eine höhere Betriebssicherheit erreicht wurde. Bereits im Jahre 1975 wurde bei Leybold die erste Magnetgelagerte Turbo-Molekularpumpe T 550 M gebaut.

Eine nennenswerte Pumpwirkung wird aber erst erreicht, wenn die Umfangsgeschwindigkeit am Außenrand der Rotorblätter in die Größenordnung der mittleren thermischen Geschwindigkeit $\bar{c}$ der zu pumpenden Gasmoleküle kommt. Die kinetische Gastheorie liefert für $\bar{c}$ die Formel 1.17,

$$\bar{c} = \sqrt{\frac{8 \cdot R \cdot T}{\pi \cdot M}}$$

in der die Gasartabhängigkeit über die molare Masse M enthalten ist. Im cgs-System ergibt sich mit

$R = 83{,}14 \cdot 10^6$ µbar · cm³/mol · K und
T = 293,15 K (20 °C) folgende Tabelle :

Gas	molare Masse M	Mittlere thermische Geschwindigkeit (m/s)
H_2	2	1761
He	4	1245
H_2O	18	587
Ne	20	557
CO	28	471
N_2	28	471
Luft	28,96	463
O_2	32	440
Ar	40	394
CO_2	44	375
CCl_3F (F11)	134,78	215

Tabelle 3.1
$\bar{c}$ in Abhängigkeit von der molaren Masse M

Zum Erfüllen der Bedingung: Umfangsgeschwindigkeit des Rotors von gleicher Größenordnung wie $\bar{c}$ sind für Turbo-Molekularpumpen hohe Rotordrehzahlen erforderlich, bei der sich die Schaufelenden mit Überschall-Geschwindigkeit bewegen. Im Falle der Turbo-Molekularpumpen von LEYBOLD variieren die Rotordrehzahlen von ca. 36.000 Umdrehungen pro Minute bei größeren Rotordurchmessern (TURBOVAC 1000: ca. 20 cm) bis 72.000 Umdrehungen pro Minute bei den kleineren Rotordurchmessern (TURBOVAC 50: ca. 6 cm). Solch hohe Drehzahlen werfen natürlich die Frage nach einem zuverlässigen Lagerkonzept auf. Von Leybold werden zwei Konzepte angeboten:

Keramiklagertechnik
In Keramikkugellagern laufen Keramikkugeln in Stahlkäfigen. Die Lager sind mit Fett lebensdauergeschmiert. (Durch den Einsatz ungleicher Materialpaarung in diesen sogenannten „Hybridlagern“ wird eine Kaltverschweißung vermieden, die früher bei Verwendung von reinen Stahlkugellagern schon durch einen kurzzeitigen Abriß des dünnen Schmierfilmes zwischen Kugeln und Lagerring bzw. Käfig durch die materialgleiche Werkstoffpaarung in den Kontaktzonen zu einer Mikrokaltverschweißung führte und dadurch die Lagerstandzeit stark reduzierte).

Magnetlagertechnik
Das eleganteste Lagerkonzept ist die Magnetlagerung. Die Firma Leybold hat schon 1975 mit den legendären Serien 550 M und 560 M magnetgelagerte Turbo-Molekularpumpen geliefert. Damals handelte es sich um eine rein aktive Magnetlagerung (= Elektromagnete). Erst Fortschritte im Bereich der Elektronik und die Verwendung von Permanentmagneten (passive Magnetlagerung) nach dem „System KFA Jülich“ ermöglichten eine wirklich weite Verbreitung des magnetischen Lagerkonzeptes. Der Rotor wird dabei während des Betriebes völlig berührungsfrei von magnetischen Kräften stabil gehalten. Für den Auslauf sind sogenannte Fang- oder Notlauflager integriert. Leybold setzt heute zwei Konstruktionsprinzipien für die magnetische Rotorlagerung ein:

1. Eine Achse magnetisch aktiv gelagert: Der Rotor wird von Permanentmagneten in der Schwebe gehalten. Zusätzlich wird er in der Axialrichtung durch geregelte Elektromagnete gehalten.
   (TURBOVAC 340 M, MAG 400, MAG 1000)
2. Fünf Achsen magnetisch aktiv gelagert: Die Rotorposition wird in allen fünf Freiheitsgraden aktiv von Elektromagneten geregelt.
   (TURBOVAC MAG 1500, MAG 2000)

Die heute gebauten Reihen sind

TURBOVAC (Hybridlager, fettgeschmiert)

TURBOVAC MAG (Magnetlager)

Jede der beiden Baureihen enthält sowohl „klassische Turbo-Molekularpumpen“ als

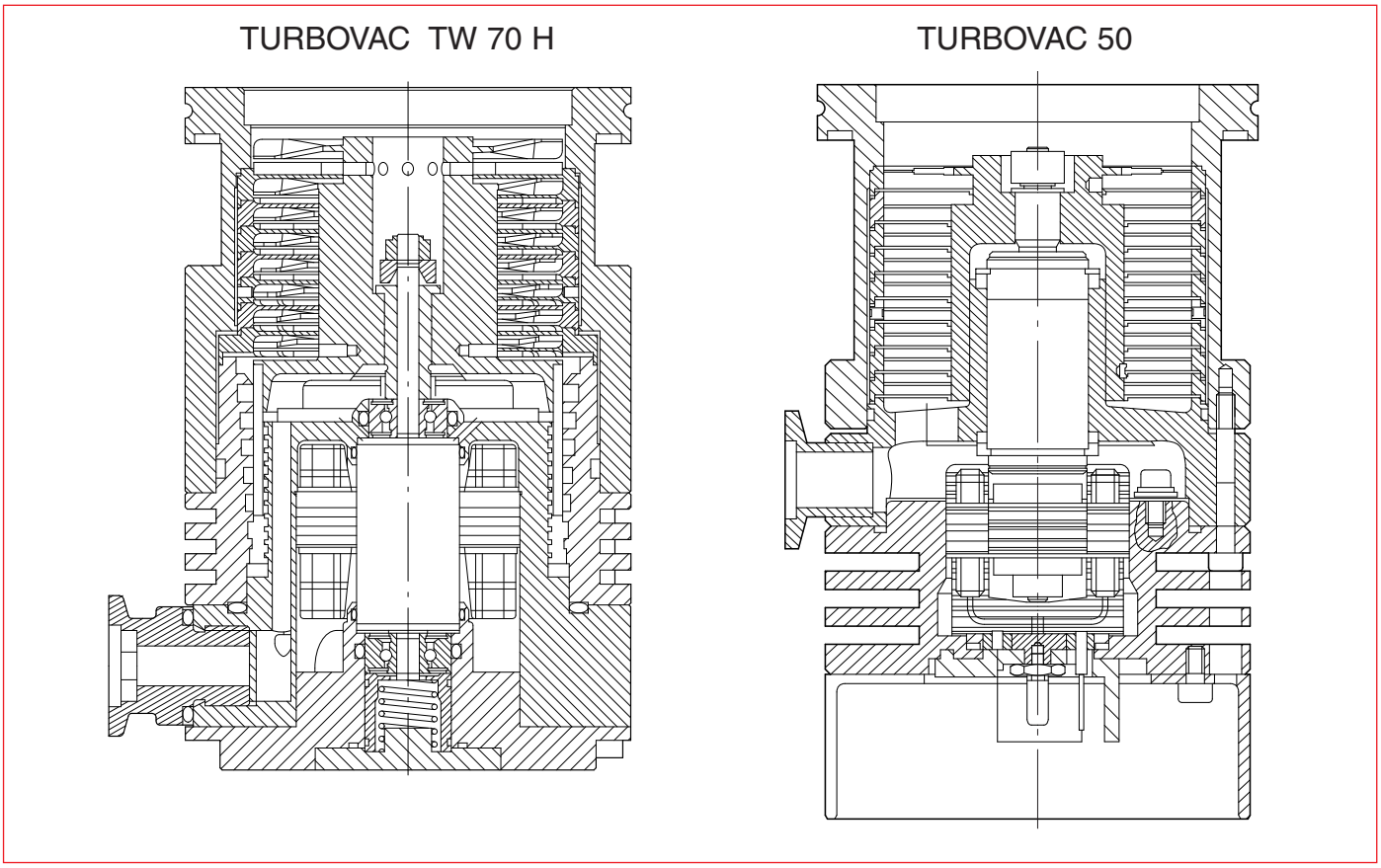


Abb. 3.8
Schnittbilder: Wide Range Turbo-Molekularpumpe (links) und Klassische Turbo-Molekularpumpe (rechts)

auch „Wide Range Turbo-Molekularpumpen“ (auch Compound- oder Hybrid-Turbo-Molekularpumpen genannt). Die Wide Range Turbo-Molekularpumpen stellen eine Weiterentwicklung der Turbo-Molekularpumpen dar. Dabei handelt es sich eigentlich um zwei Pumpen auf einer gemeinsamen Welle in einem Gehäuse. Die Hochvakuumstufe für den molekularen Strömungsbereich ist eine klassische Turbo-Molekularpumpe, die zweite Pumpe für den viskosen Strömungsbereich eine „molecular drag“ oder Reibungspumpe. Je nach Art des Verdichterprinzipes in der Molekular-Drag-Stufe unterscheidet man zwischen integrierter Holweckstufe (Schraubenverdichter) oder integrierter Siegbahnstufe (Spiralverdichter). Der notwendige Vorvakuumdruck beträgt dann einige mbar, so daß die Vorvakuumpumpe nur mehr von etwa 5 bis 10 mbar bis Atmosphärendruck verdichten muß. Abb. 3.8 zeigt die unterschiedliche Bauart dieser beiden Pumpentypen.

3.2.2 Funktionsprinzip

Die Turbo-Molekularpumpe ist eine Turbine deren Schaufeln schräg zur Drehrichtung angestellt sind. Bei hoher Geschwindigkeit des Rotors – möglichst nahe der thermischen Molekülgeschwindigkeit – sind die Flächenstoßraten der Moleküle auf die Rotorflügel stark unterschiedlich: Zusätzlich zur Auftreffrate bei ruhendem Flügel treffen auf die Vorderseite (in Drehrichtung) auch noch jene Moleküle, die der Flügel „einholt“, weil er schneller ist. Analog dazu wird die „Ruheflächenstoßrate“ auf der Flügelrückseite um einen Betrag verringert, weil sie den langsameren Molekülen davon fliegt. Da die Moleküle danach vom Rotorflügel im wesentlichen senkrecht starten (Cosinusverteilung) entsteht eine Vorzugsrichtung der Moleküle vom Hochvakuum zum Vorvakuumanschluß der Pumpe. Durch die Impulsübertragung der drehenden Rotorschaufeln an die Gasmoleküle wird deren zunächst ungerichtete thermische Bewegung in eine gerichtete Bewegung gewandelt. Auf dieser beruht der Pumpvorgang in einer klassischen Turbo-Molekularpumpe.

Im molekularen Strömungsbereich, dem Funktionsbereich der Turbo-Molekularpumpen also bei Drücken unter 10^{-3} mbar, ist die mittlere freie Weglänge Gasmoleküle größer als der Abstand zwischen den Rotorschaufeln und den Statorschaufeln, der typischerweise einige Zehntelmillimeter beträgt. Dementsprechend kollidieren die Moleküle hauptsächlich den Rotorschaufeln, so daß sich ein höchst effektiver Pumpvorgang ergibt.

Im Bereich der laminaren Strömung, d. h. bei Drücken über 10^{-1} mbar, ergibt sich ein gänzlich anderer Sachverhalt. Die Funktionsweise des Rotors wird durch häufige Kollisionen zwischen den Molekülen beeinträchtigt. Daher ist eine Turbo-Molekularpumpen nicht in der Lage, Gase gegen Atmosphären Druck zu pumpen. Die klassische Turbo-Molekularstufe muß daher von einer ausreichend dimensionierten Vorvakuumpumpe (und eventuell von einer Molekular-Drag-Stufe) unterstützt werden.

Kinetische Vakuumpumpen

3.2.3 Kenngrößen

Saugvermögen S ($\ell \cdot s^{-1}$)
Unter Saugvermögen versteht man den mittleren Volumendurchfluß eines Gases pro Zeiteinheit durch den Ansaugflansch der Vakuumpumpe. Im Hochvakuumbereich wird das Saugvermögen üblicherweise in $\ell \cdot s^{-1}$ angegeben. Das Saugvermögen für ein bestimmtes Gas hängt vom Durchmesser des Einlaßflansches, der Rotor/Stator-Konstruktion der Turbine, der Rotordrehzahl und dem Molekulargewicht des Gases ab. Bei der Turbine bestimmen die ersten Stufen (üblicherweise 6 bis 10 Stufen) das Saugvermögen. Daher die Schaufeln der Ansaugstufe besonders lang ausgebildet, damit sich eine große aktive Ringfläche an der ersten Rotorstufe ergibt. Während also die Form der Turbine das innere Saugvermögen festlegt, wird das nach außen wirksame, effektive Saugvermögen am Ansaugflansch durch den Strömungswiderstand im Kanal zwischen Ansaugflansch und Turbine bestimmt. Ein weiterer Faktor, der das Saugvermögen beeinflußt, ist die Drehfrequenz der Turbine.

Maximaler Durchsatz (Maximale Saugleistung), Q_{max} ($mbar \cdot \ell \cdot s^{-1}$)
Für ein bestimmtes Gas hängt der maximale Durchsatz ab von

a) von der Rotor/Stator-Konstruktion
b) von der thermischen Belastungsgrenze der Pumpe

Bei steigendem Einlaßdruck der Turbo-Molekularpumpe geht die Differenz zwischen Einlaßdruck und Vorvakuumdruck (ebenso die Kompression) letztlich gegen Null.

Beim maximalen Einlaßdruck p_{max} gilt folgendes:

- Kompression der Turbo-Molekularpumpe bei $p_{max} = 0$
- $Q\ (p_{max}) = Q_{max} = p_{max} \cdot S\ (p_{max})$

Bei steigendem Einlaßdruck erhöht sich die Leistungsaufnahme des Motors und damit die Pumpentemperatur. Maximaler Einlaßdruck p_{max} und maximaler Durchsatz Q_{max} hängen von der maximal zulässigen Temperatur innerhalb der Pumpe ab.

- $Q\ (p_{max}) = Q_{max} = p_{max} \cdot S\ (p_{max})$

Kompression K und Kompressions-Verhältnis, k_0
Unter Kompression versteht man das Verhältnis des Vorvakuumdruckes p_v zum Ansaugdruck p_H wobei der Partialdruck dieser Gasart mindestens 90% des Vorvakuumdruckes betragen muß. Das Kompressionsverhältnis k_0 ist die Kompression bei Saugleistung Null. Das Kompressionsverhältnis k_0 kann nicht direkt gemessen werden, sondern wird durch Extrapolation von Daten ermittelt, die bei kleinen Durchsätzen gemessen werden. Da aber schon die Permeation durch Elastomer-Dichtungen einen kleinen Gasdurchsatz in diesem Sinne darstellt, werden solche Messungen immer an metallisch gedichteten Pumpen gemacht.

$$K = k_0 \cdot \exp \cdot (g \cdot \sqrt{M} \cdot u \cdot z) \qquad \text{mit}$$

K Kompression
k_0 Kompressionsverhältnis
g Geometriefaktor (berücksichtigt u. a. den Anstellwinkel α der Schaufeln)
M Molekulargewicht
u Geschwindigkeit der Schaufeln (proportional der Rotordrehzahl)
z Stufenzahl

Besonders bei Ultra-Hochvakuum-Anwendungen ist das Kompressionsverhältnis für Wasserstoff $k_0(H_2)$ von großer Bedeutung, da es einen Anhaltspunkt gibt, welcher Enddruck erreicht werden kann.

Während das Saugvermögen der Turbo-Molekularpumpen von den ersten Rotor und Statorstufen bestimmt wird (Ansaugstufen), sind die darauf folgenden Stufen für die Kompression des Gases verantwortlich. Hier gilt es, das von den Ansaugstufen geförderte Gas besonders wirkungsvoll zu verdichten.

Enddruck, p_{end}, (mbar)
Nach PNEUROP-Standard (DIN 28400) ist der Enddruck als der Druck definiert, der im Rezipienten 48 Stunden nach dem Ausheizen erreicht wird. Er hängt im wesentlichen von der verwendeten Vorvakuumpumpe und der Dichtung für den Einlaßflansch ab.

Betriebsenddruck
Der Betriebsenddruck, der in einer Anlage erzielt wird, wird im wesentlichen bestimmt durch die Leistungsdaten der Vakuumpumpe - Saugvermögen und Kompression - sowie die Gasabgabe des Rezipienten. Diese hängt von Größe und Reinheit der einzelnen Bauteile der Anlage ab. Die Gasabgabe enthält die Desorption von Rezipientenwänden sowie die Leck- und Permeationsgasrate durch Rezipientenwände und Dichtelemente. Durch die Funktion der Turbo-Molekularpumpe wird der Enddruck von den Partialdrücken der verschiedenen Gase auf der Vorvakuumseite und die Kompression für die einzelnen Gase beeinflußt. Der Endpartialdruck eines Gases i über einer Turbo-Molekularpumpe läßt sich nach der Beziehung berechnen:

$$p_{Hi} = \frac{p_{Vi}}{K_i} \qquad \text{mit}$$

p_{Hi} = Hochvakuumpartialdruck für die Gaskomponente i
P_{Vi} = Vorvakuumpartialdruck für die Gaskomponente i
K_i = Kompression für die Gaskomponente i

Der Endtotaldruck ergibt sich als Summe der einzelnen Partialdrücke.
Für die praktische Anwendung ist der erreichbare Betriebsenddruck in einer Anlage von Interesse. Der Betriebsenddruck in einem Rezipienten ist von einer Vielzahl von verschiedenen äußeren Bedingungen abhängig. In guter Näherung läßt sich für den Hochvakuumbereich folgende Beziehung anwenden:

$$p_B = p_0 \cdot \exp \cdot \left(-\frac{S_{eff}}{V} \cdot t\right) + P_E + \frac{I_{const}}{S_{eff}} + \frac{I_D}{S_{eff}}$$

mit
p_B = Betriebsdruck der Anlage
p_0 = Druck im Rezipient bei Beginn des Evakuierungsvorganges (meist Atmosphärendruck)
S_{eff} = effektiv wirksames Saugvermögen im jeweiligen Druckbereich
V = Rezipientenvolumen
t = Auspumpdauer
P_E = Enddruck der Turbo-Molekularpumpe
I_{const} = Leckgasstrom und Entgasungsstrom
I_D (t) = der zeitlich veränderliche Desorptionsstrom von den Rezipienten-Wänden sowie den verwendeten Einbauten und Dichtungen

Da im Utra-Hochvakuumbereich bei Drükken < 10^{-9} mbar der Endtotaldruck im wesentlichen durch den Wasserstoffanteil bestimmt ist, kann man sich bei Berechnungen in erster Näherung auf diesen beschränken. Die Kompression der TURBOVAC-Pumpen für Wasserstoff liegt zwischen 630

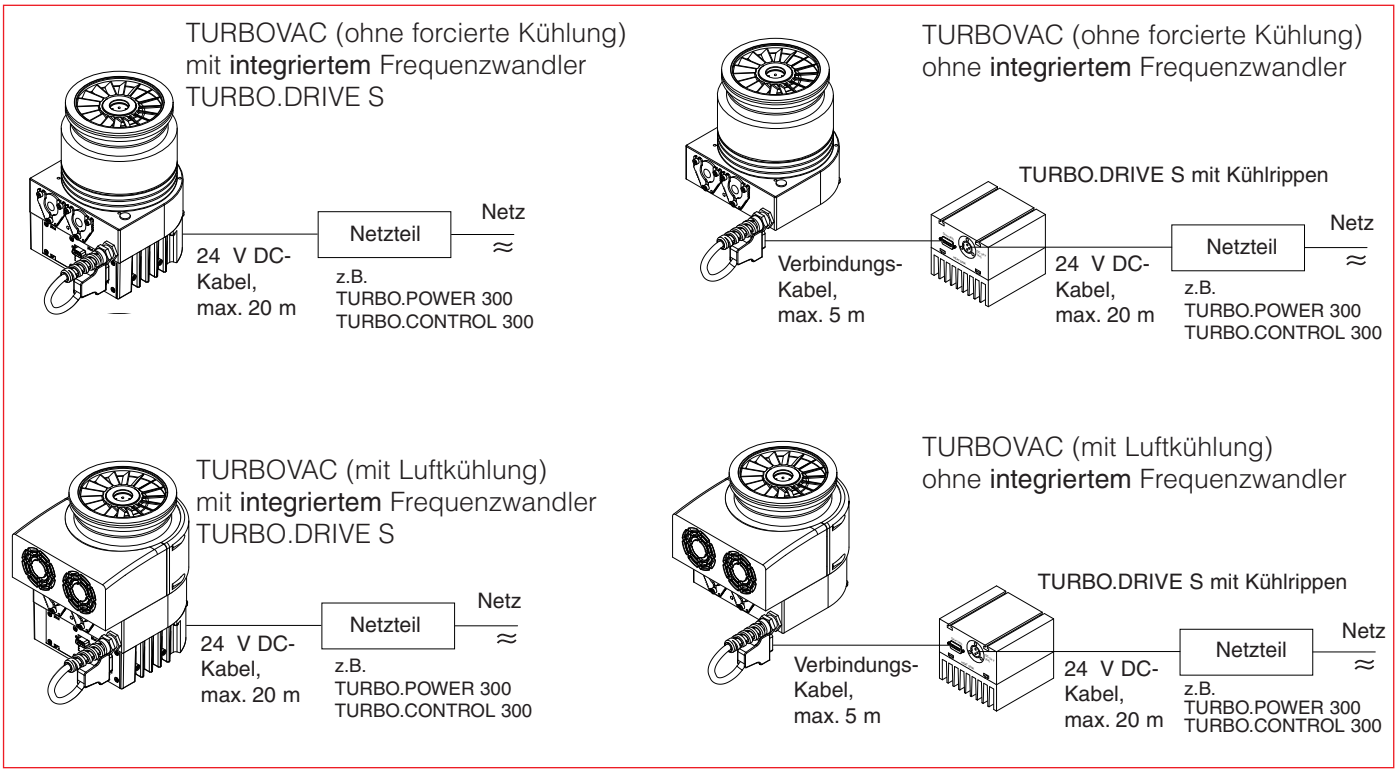


Abb. 3.9
Modulares Konzept der TURBOVAC-Pumpen

und 50.000. Mit einer zweistufigen Drehschieberpumpe wird ein Wasserstoffpartialdruck auf der Vorvakuumseite p_{V, H_2} von $3 \cdot 10^{-8}$ mbar erreicht. Für den Wasserstoffendpartialdruck der TURBOVAC ergibt sich demnach rechnerisch:

$$p_{H, H_2} = \frac{3 \cdot 10^{-8}}{630} = 5 \cdot 10^{-11} \text{ mbar}$$

3.2.4 Installation und Betriebshinweise

Wahl der geeigneten Vorpumpe
Bei der Auswahl einer geeigneten Vorvakuumpumpe sollen möglichst drei Bedingungen erfüllt werden:

1) Übernahmebedingung: Die von der HV-Pumpe geförderte Gasmenge (mbar·ℓ/s) muß von der VV-Pumpe übernommen und abgepumpt werden.
2) Chargierzeiten: Die VV-Pumpe muß so groß sein, daß die gewünschten Chargierzeiten eingehalten werden können, das heißt, die VV-Pumpe muß den Rezipienten in einer vorgegebenen Zeit so weit auspumpen, daß auf die einsatzbereite HV-Pumpe umgeschaltet werden kann.
3) Kostenminimierung: Die VV-Pumpe soll so klein und preiswert, wie möglich sein.

Einen groben Anhaltspunkt für die Auswahl des geeigneten Saugvermögens der Vorvakuumpumpe gibt Abb. 3.10. Der sicherste Weg für die Bestimmung der am besten geeigneten Vorpumpe wird aus Opeperationsdiagrammen ermittelt, siehe Abschnitt 5.2.4.2.

Modularer Aufbau, Frequenzwandler / Kühlung
Je nach den Prozeßanforderungen und den örtlichen Gegebenheiten können die zum Betrieb der Turbo-Molekularpumpen von Leybold aus einem modularen Konzept zusammengestellt werden (siehe Abb. 3.9).

Starten
Die Turbo-Molekularpumpen sollten im Allgemeinen zusammen mit der Vorpumpe gestartet werden, um Ölrückströmung von der Vorpumpe zum Rezipienten zu vermeiden. Ein verzögerter Start der Turbo-Molekularpumpe ist bei relativ kleinen Vorpumpsätzen an großen Behältervolumen sinnvoll. Bei bekanntem Saugvermögen der Vorvakuumpumpe S_v (m^3/h) und Behältervolumen V (m^3) kann man den Startdruck der Turbo-Molukularpumpe abschätzen:

gleichzeitiger Start, wenn

$$\frac{S_v}{V} > 40 h^{-1}$$

und verzögerter Start, wenn

$$\frac{S_v}{V} < 40 h^{-1}$$

mit einem Startdruck von :

$$p_{V, Start} = e^{\left(\frac{S_v}{6 \cdot V}\right)} \text{ mbar} \qquad (2.24)$$

Die Bestimmung des Startdruckes für Turbo-Molekularpumpen beim Evakuieren größerer Volumina kann auch mit Hilfe des Diagrammes in Abb. 3.11 erfolgen.

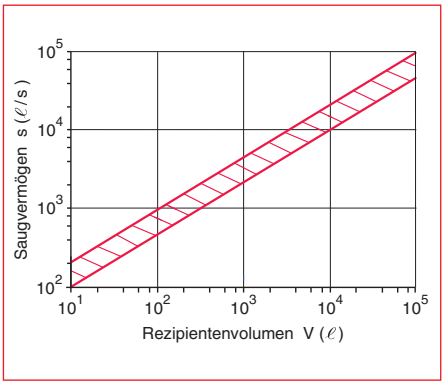


Abb. 3.10
Wahl des Saugvermögens in Abhängigkeit vom Rezipientenvolumen (empirische Darstellung)

Kinetische Vakuumpumpen

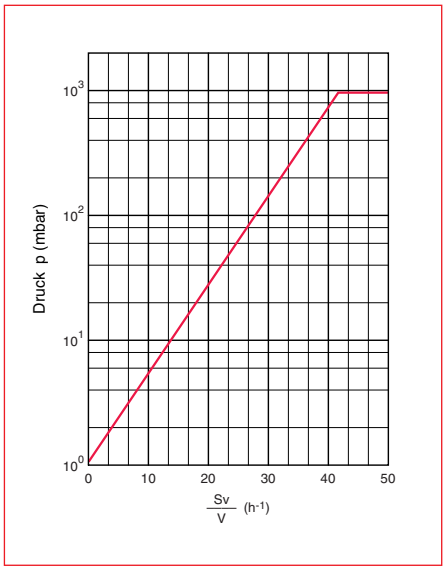


Abb. 3.11
Bestimmung des Startdruckes für Turbo-Molekularpumpen beim Evakuieren größerer Volumina

Belüften

Turbo-Molekularpumpen sollten **nach dem Abschalten und bei etwaigem Spannungsausfall auf jeden Fall belüftet werden**, um eine Rückdiffusion von Kohlenwasserstoffen von der Vorvakuumseite in den Rezipienten zu verhindern. Nach dem Abschalten der Pumpe soll auch das Kühlwasser abgeschaltet werden, um etwaige Kondensation von Wasserdampf zu vermeiden. Zur Schonung des Rotors empfiehlt es sich die in den Gebrauchsanweisungen angegebenen (Mindest-) Belüftungszeiten einzuhalten. Die Belüftung sollte (außer bei Sperrgasbetrieb) über den Belüftungsflansch erfolgen, der schon eine Sinterfilter-Drosselstelle enthält, so daß die Belüftung mit einem normalen Ventil oder einem Stromausfallfluter erfolgen kann.

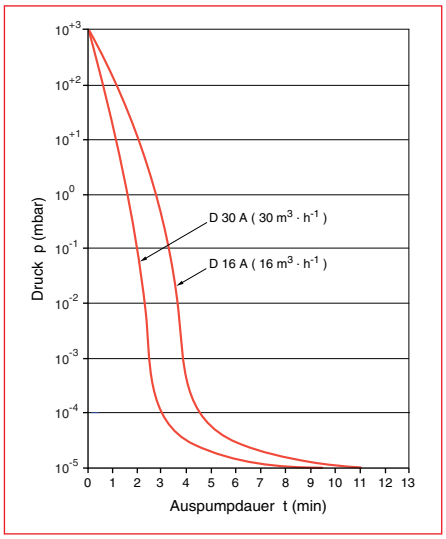


Abb. 3.12
TURBOVAC 220 mit zweitufigen Drehschieberpumpen D 30 A und D 16 A – Auspumpen eines 100 ℓ Rezipienten

Sperrgasbetrieb

In Pumpen, die mit einer Sperrgas-Einrichtung ausgerüstet sind, kann über einen separaten Flansch Inertgas - wie zum Beispiel trockener Stickstoff - eingelassen werden, um Antriebsmotor und Lager vor aggressiven Medien zu schützen

Schwingungsentkopplung

TURBOVAC-Pumpen sind hochgenau ausgewuchtet und können in der Regel direkt an die Apparatur angeschlossen werden. Nur bei besonders sensiblen Geräten, wie in der Elektronenmikroskopie, empfiehlt sich der Einsatz eines Dämpfungskörpers, der die vorhandenen Schwingungen auf ein Minimum reduziert. Bei magnetisch gelagerten Pumpen genügt aufgrund der geringen Eigenvibration in den meisten Fällen eine starre Ankopplung an die Vakuumapparatur.

Auspumpkurven

Wie bereits erwähnt, richtet sich das an einem Rezipienten zu installierende Saugvermögen nach den frei werdenden Gasströmen, den Desorptions- und Permeationsgasströmen, sowie der geforderten Pumpzeit. Sind diese Gasströme bekannt, so läßt sich das benötigte Saugvermögen in der Regel entsprechend Abb. 3.10 mit hinreichender Genauigkeit bestimmen.

Für die praktische Anwendung ist es nützlich, für verschiedene Behältergrößen experimentelle Auspumpkurven zu haben. Damit ist es unter Berücksichtigung der entsprechenden speziellen Gegebenheiten leichter möglich, Rückschlüsse auf die Auspumpzeiten bei anderen Rezipienten zu ziehen. Für eine bessere Übersicht sind die dargestellten Auspumpkurven nach den Einsatzgebieten der TURBOVAC Pumpen in drei Hauptgruppen untergliedert:

Große Rezipienten ≥ 100 ℓ;
Druckbereich $p > 10^{-6}$ mbar
Selbst mit kleinen Turbo-Molekularpumpen lassen sich größere Behälter sehr schnell auf 10^{-4} bis 10^{-5} mbar evakuieren. In Abb. 3.12 sind Auspumpkurven für einen 100 ℓ Rezipienten aus Normalstahl, der nicht ausgeheizt wurde, dargestellt.
TURBOVAC-Pumpe und Vorpumpe wurden jeweils gleichzeitig gestartet. Dabei macht

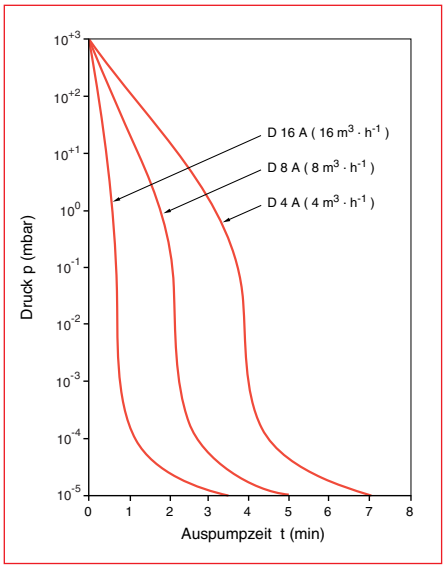


Abb. 3.13
TURBOVAC 150 mit unterschiedlichen, zweistufigen Vorvakuumpumpen; Auspumpkurven eines 25 ℓ Rezipienten

sich das Saugvermögen der Turbo-Molekularpumpe schon ab Drücken von einigen mbar wesentlich bemerkbar.
Werden TURBOVAC-Pumpe und Vorpumpe gleichzeitig eingeschaltet, wird durch die gute Baffle-Wirkung der laufenden TURBOVAC-Pumpe zusätzlich hohe Kohlenwasserstofffreiheit garantiert.

Kleine Rezipienten ≤ 100 ℓ;
Druckbereich $p > 10^{-6}$ mbar
Für die TURBOVAC 150 und 360 sind in Abb. 3.13 und 3.14 Auspumpkurven für einen 25 ℓ Behälter aus Normalstahl dargestellt, wobei TURBOVAC und Vorpumpe gleichzeitig gestartet wurden.

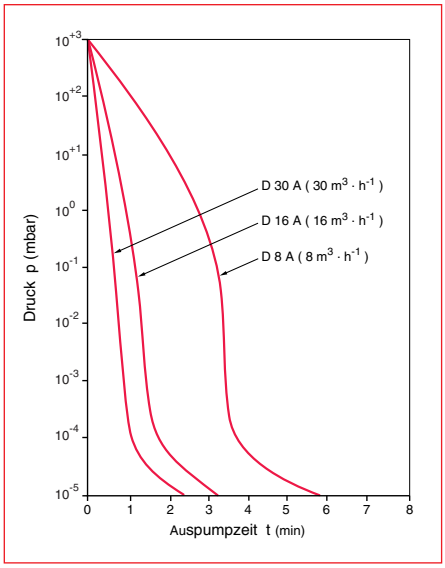


Abb. 3.14
TURBOVAC 360 mit unterschiedlichen, zweistufigen Vorvakuumpumpen; Auspumpkurven eines 25 ℓ Rezipienten

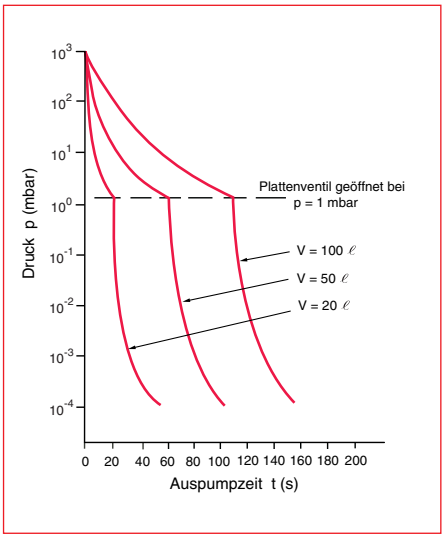


Abb. 3.15
TURBOVAC 450 mit Drehschieberpumpe D 30 A - Auspumpkurven eines 30, 50 und 100 ℓ Rezipienten

In anderen Anwendungsfällen möchte man in extrem kurzer Zeit Drücke von einigen 10^{-5} mbar erzeugen (Taktbetrieb), ohne die TURBOVAC-Pumpe in dieser Zeitspanne hochlaufen zu lassen. Man verbindet die Turbo-Molekularpumpe mit dem Rezipienten über ein Ventil und hält sie bei geschlossenem Ventil auf voller Drehfrequenz. Der Rezipient wird mit Hilfe einer Umwegleitung von der Vorpumpe bis auf etwa 1 mbar evakuiert. Bei diesem Druck wird die Umwegleitung geschlossen und das Ventil über der Turbo-Molekularpumpe geöffnet, so daß bereits bei diesem hohen Druck ihre volle Saugleistung zur Verfügung steht. Auspumpkurven für drei Behälter mit dem Inhalt von a) 20 ℓ, b) 50 ℓ und c) 100 ℓ sind in Abb. 3.15 dargestellt.

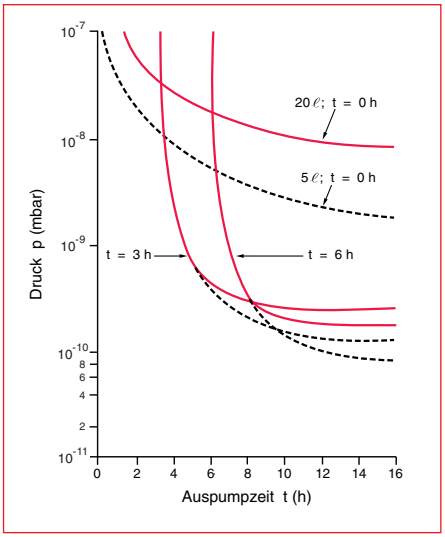


Abb. 3.16
TURBOVAC 450 Auspumpkurven eines 20 ℓ und eines 5 ℓ Rezipienten nach Ausheizen von Pumpe und Rezipient auf T = 200 bzw. 120 °C durch t = 0, 3 und 6 h

Druckbereich
10^{-6} bis 10^{-10} mbar
Im Kapitel über Enddruck und Betriebsenddruck von Turbo-Molekularpumpen wurde im einzelnen dargestellt, welche äußeren Einflüsse sich auf den erreichbaren Betriebsenddruck auswirken. Apparaturen, in denen Betriebsenddrücke unter 10^{-8} mbar erreicht werden sollen, sind stets nach den Erfordernissen der UHV-Technik aufzubauen und zu betreiben, d. h.

- Sorgfältige Montage der gereinigten Bauteile
- Verwendung von Edelstahlbauteilen und Metalldichtungen (Kupfer bzw. Aluminium)
- Sorgfältiges Entgasen der gesamten Apparatur einschließlich der Meßsysteme und der Turbo-Molekularpumpe. Dabei muß die Ausheiztemperatur des Rezipienten immer über der Ausheiztemperatur der Turbo-Molekularpumpe liegen, damit die Kondensation der freiwerdenden Gase im Rezipienten vermieden wird.

Um das Verhalten der von Turbo-Molekularpumpen in diesem Druckbereich zu untersuchen, wurde eine TURBOVAC 450 in CF-Version wahlweise mit einem 20 ℓ oder 5 ℓ Rezipienten verbunden. Beide Rezipienten waren ganzmetallgedichtet und mit einem Extraktor-Einbaumeßsystem IE 50 ausgerüstet. Die Rezipienten konnten bei Bedarf auf 200 - 300 °C ausgeheizt werden. In Abb. 3.16 sind verschiedene Auspumpkurven beider Rezipienten aufgetragen. Die ausgezogenen Kurven gelten für den 20 ℓ Rezipienten, die gestrichelten Kurven für den 5 ℓ Rezipienten. Man erkennt, daß die Rezipientenoberfläche stark die Auspumpzeit und den Betriebsdruck beeinflußt, wenn die Rezipienten nicht ausgeheizt werden ($t_h = 0$). Bei einer Ausheizdauer von $t_h = 3$ h und 6 h verlaufen die Auspumpkurven beider Rezipienten bis ca. $P_H = 10^{-9}$ mbar parallel. Der erreichbare Enddruck des 20 ℓ Rezipienten liegt etwa um den Faktor 2 höher als der des 5 ℓ Rezipienten. Ferner erkennt man, daß die Verdoppelung der Ausheizdauer von 3 auf 6 Stunden bis in den Druckbereich von $P_H = 10^{-10}$ mbar keine Verbesserung ergibt.

In Abb. 3.17 ist die Auspumpzeit über der Ausheizzeit aufgetragen. Parameter der Kurven ist der Druck. Die Minima der Kurven ergeben die optimale Ausheizdauer, um den als Parameter angegebenen Druck zu erhalten. Sie sind durch die gestrichelte Kurve verbunden. Die Kurvenschar zeigt, daß mit einer Ausheizzeit von $t_h = 2{,}5$ h und einer Auspumpzeit von t = 4,5 h ein Druck von $6{,}6 \cdot 10^{-10}$ mbar erreicht wird.

3.2.5 Besondere Anforderungen

Wegen **besonderer Einsatzfälle** wie Betrieb in starken Magnetfeldern, in strahlenbelasteten Zonen oder in Tritium-Atmosphäre wenden Sie sich bitte an unsere Technische Vertriebsabteilung, die über entsprechende Erfahrungen verfügt und Ihnen jederzeit zur Verfügung steht. Um den vielfältigen Anforderungen der heutigen Forschung und Entwicklung gerecht zu werden, können TURBOVAC-Pumpen in verschiedenen Sonderausführungen gebaut werden. Die konstruktive Gestaltung der Pumpe wird dabei von den jeweiligen Einsatzbedingungen bestimmt. Im folgenden sind einige dieser Sonderbauarten beschrieben.

Tritiumfeste Ausführung, wie sie für den Einsatz an einem TOKAMAK-Fusionsexperiment in gebaut wurde: Ein wesentliches Merkmal ist, daß keine Elastomerdichtungen zur Abdichtung gegen Atmosphäre verwendet werden, da es durch Austauschprozesse in zunehmendem Maße zu einer Sättigung der Dichtungen mit Tritium kommt und diese spröde und undicht

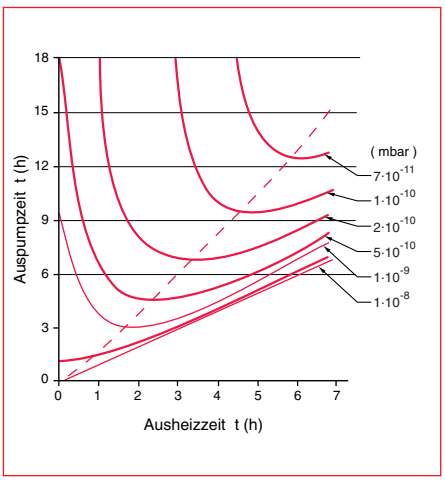


Abb. 3.17
TURBOVAC / D 30 A; Auspumpdauer in Abhängigkeit von Ausheizdauer für einen 5 ℓ Rezipienten

Kinetische Vakuumpumpen

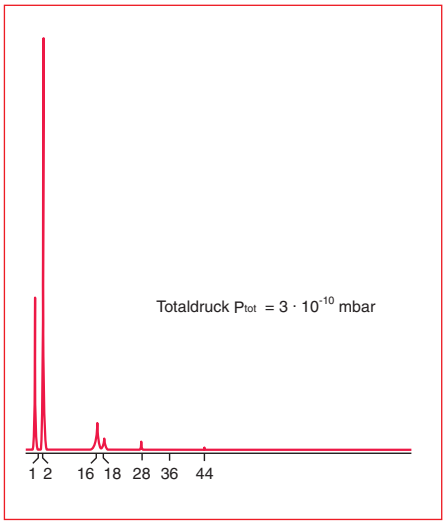


Abb. 3.18
Restgaspektrum über einer TURBOVAC 450

werden. Um die Gefahr einer Umweltverseuchung durch das radioaktive Tritium zu vermeiden, wurde die Pumpe mit CF-Flanschen am Hochvakuum und Vorvakuumstutzen, mit Gehäusedichtungen aus Metall und mit einem Ölbehälter aus Edelstahl ausgerüstet. Da auch das Öl mit radioaktivem Tritium verunreinigte ist, wird ein Ölwechsel ferngesteuert über einen Öleinfüllstutzen und einen Ölablaßstutzen durchgeführt. Ein Schwimmerschalter dient zur Kontrolle des Ölstandes. Das Schwingungsverhalten der Pumpe wird mit Hilfe eines elektrodynamischen Schwingungsaufnehmers kontinuierlich überwacht.

Betrieb in Magnetfeldern an Teilchenbeschleunigern und plasmaphysikalischen Apparaturen: Hierbei ist zu berücksichtigen, daß Turbo-Molekularpumpen nur bedingt in Magnetfeldern arbeiten können, da diese in dem drehenden, metallischen Pumpenrotor Wirbelströme induzieren. Als Folge dieser Wirbelströme können neben der Erwärmung und Abbremsung des Rotors auch Schwingungen der Rotorschaufeln auftreten, da durch die Wechselwirkung der Wirbelströme mit dem Magnetfeld Drehmomente an den Schaufeln angreifen. TURBOVAC-Pumpen können im Bereich eines Magnetteldes betrieben werden, wenn die magnetische Induktion gewisse Grenzwerte nicht überschreitet. Unter bestimmten Voraussetzungen sind sie auch in höheren Magnetfeldern einsetzbar, wie die Versuche von BIEGER et al. über die Verwendbarkeit von TURBOVAC-Pumpen bei einem Fusionsexperiment an einer Großforschungsanlage zeigen.

Strahlenbeständige Ausführung: Für den Einsatz in strahlenbelasteten Zonen wird häufig eine Strahlenbelastbarkeit bis zu einer Dosis von 103 rad verlangt. TURBOVAC-Pumpen sind durch Umrüsten auf strahlenbeständige Materialien für solche Anwendungen geeignet und werden z. B. am Teilchenbeschleuniger beim CERN in großer Zahl eingesetzt.

UF_6 -beständige Ausführung: Turbomolekular-Pumpen können bei gewissen konstruktiven Änderungen zum Evakuieren von Uranhexafluorid eingesetzt werden. Das aggressive UF_6 Gas wird bei Verfahren zur Anreicherung des leichten Uranisotops U^{235}, wie z. B. Gasdiffusions, Gaszentrifugen und Trenndüsenverfahren, verwendet.

Aggressive Prozeßgase: Um die Pumpen vor dem Angriff von aggressiven Prozeßgasen - beispielsweise in Halbleiterprozessen - zu schützen werden Rootoren mit keramischen Beschichtungen eingesetzt. Zur Vermeidung von Kondensat in den Pumpen werden sie zusätzlich mit Heizeinrichtungen versehen. Außerdem werden die Rotoren sehr aufwendig durch fräsen hergestellt und nicht auf die einfachere Methode des „Schränkens“ der Rotorflügel. Auf diese Weise werden Risse am Fußpunkt der Rotorflügel vermieden. Nicht zuletzt wird bei diesen Anwendungen selbstverständlich Spülgas eingesetzt („gepurged“).

3.2.6 Messungen an Turbo-Molekularmumpen

Die Restgaszusammensetzung eines Vakuums bestimmt dessen Qualität. Wenn kohlenwasserstoffreies Vakuum in einem Rezipienten erzeugt werden soll, müssen die Rezipientenwände bei gleichzeitigem Ausheizen der TURBOVAC auf 120 °C auf Temperaturen von etwa 350 bis 400 °C ausgeheizt werden. Elastomerdichtungen, wie VITON-O-Ringe, die ebenfalls geringe Mengen an Kohlenwasserstoffen abgeben, sollen deshalb für die Erzeugung völlig kohlenwasserstoffreier Vakua nicht eingesetzt werden. Als Dichtungen verwendet man vorteilhaft Kupfer- oder Aluminiumdichtungen.
Abb. 3.18: Restgasspektrum über einer TURBOVAC 450

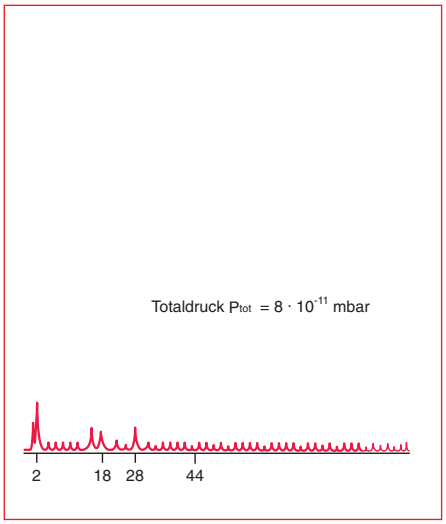


Abb. 3.19
Restgaspektrum über einer TURBOVAC 650 M

Massen größer 44 sind nicht nachweisbar. Die für viele Anwendungsfälle schädlichen Gase, wie hochmolekulare Kohlenwasserstoffe, Sauerstoff, Kohlendioxid, Wasserdampf und Methan, sind überhaupt nicht oder nur in vernachlässigbaren Spuren vorhanden. Bei einem Totaldruck von $1 \cdot 10^{-10}$ mbar wird dieser zu etwa 90% durch Wasserstoff gebildet, so daß der Partialdruck aller übrigen Gase etwa $1 \cdot 10^{-11}$ mbar beträgt.

Durch Verringern des Wasserstoffpartialdruckes auf der Vorvakuumseite einer Turbo-Molekularpumpen, z. B. durch Verwendung größerer Vorpumpen, wird dieser auf der Hochvakuumseite ebenfalls reduziert. Das Auftreten von Kohlenwasserstoffen über Turbo-Molekularpumpen

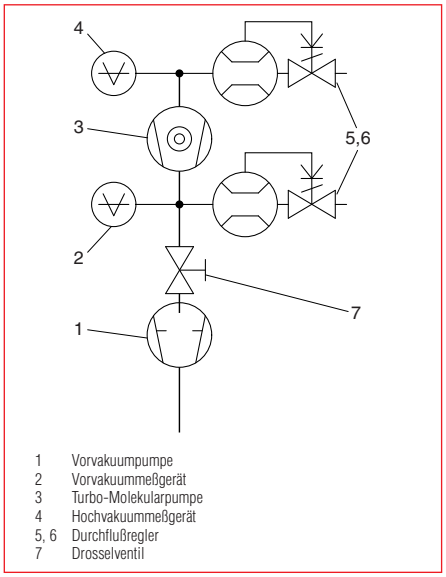


Abb. 3.20
Prüfaufbau

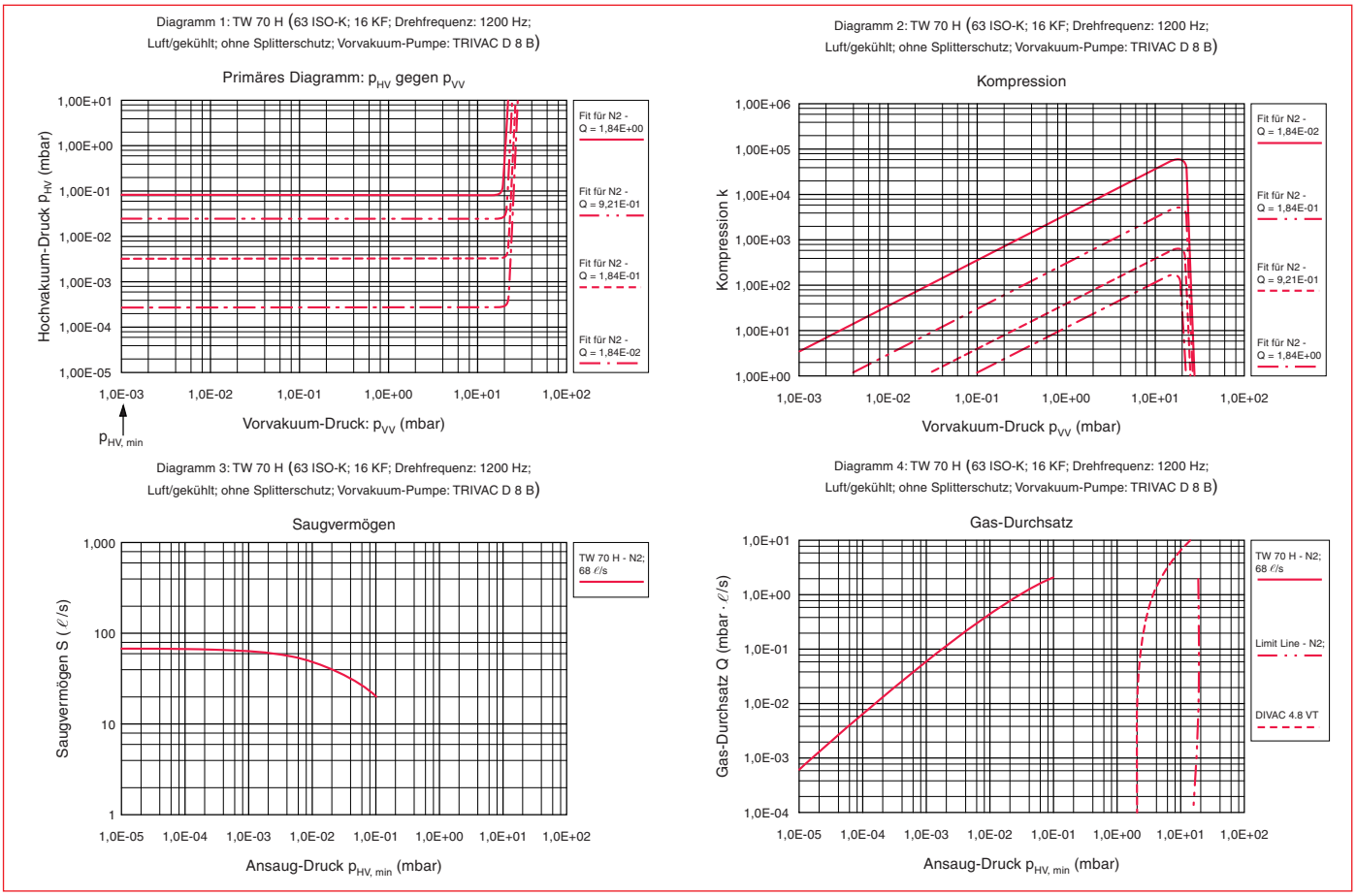


Diagramm 1: TW 70 H (63 ISO-K; 16 KF; Drehfrequenz: 1200 Hz;
Luft/gekühlt; ohne Splitterschutz; Vorvakuum-Pumpe: TRIVAC D 8 B)
Primäres Diagramm: p_{HV} gegen p_{VV}
Hochvakuum-Druck p_{HV} (mbar)
Vorvakuum-Druck: p_{VV} (mbar)
$p_{HV, min}$
Fit für N2 - Q = 1,84E+00
Fit für N2 - Q = 9,21E-01
Fit für N2 - Q = 1,84E-01
Fit für N2 - Q = 1,84E-02
Diagramm 2: TW 70 H (63 ISO-K; 16 KF; Drehfrequenz: 1200 Hz;
Luft/gekühlt; ohne Splitterschutz; Vorvakuum-Pumpe: TRIVAC D 8 B)
Kompression
Kompression k
Vorvakuum-Druck p_{VV} (mbar)
Fit für N2 - Q = 1,84E-02
Fit für N2 - Q = 1,84E-01
Fit für N2 - Q = 9,21E-01
Fit für N2 - Q = 1,84E+00
Diagramm 3: TW 70 H (63 ISO-K; 16 KF; Drehfrequenz: 1200 Hz;
Luft/gekühlt; ohne Splitterschutz; Vorvakuum-Pumpe: TRIVAC D 8 B)
Saugvermögen
Saugvermögen S (ℓ/s)
Ansaug-Druck $p_{HV, min}$ (mbar)
TW 70 H - N2; 68 ℓ/s
Diagramm 4: TW 70 H (63 ISO-K; 16 KF; Drehfrequenz: 1200 Hz;
Luft/gekühlt; ohne Splitterschutz; Vorvakuum-Pumpe: TRIVAC D 8 B)
Gas-Durchsatz
Gas-Durchsatz Q (mbar · ℓ/s)
Ansaug-Druck $p_{HV, min}$ (mbar)
TW 70 H - N2; 68 ℓ/s
Limit Line - N2;
DIVAC 4.8 VT

Abb. 3.21
An der TW 70 H gemessene Werte (Diagramm 1) und abgeleitete Werte (Diagramme 2 – 4)

ist unabhängig von Art und Größe der eingesetzten Vorpumpen. Die Linie der Masse 16 stellt atomaren Sauerstoff dar, der an der Kathode des Massenspektrometers durch Dissoziation von Wasserdampf gebildet wird.

In Abb. 3.19 ist zum Vergleich das Restgasspektrum über der TURBOVAC 560 M bei einem Druck von $8 \cdot 10^{-11}$ mbar wiedergegeben. Die Empfindlichkeit des Massenspektrometers betrug in beiden Fällen 10^{-11} mbar. Die hohe Kompression der magnetgelagerten Pumpe für Wasserstoff macht sich hier deutlich bemerkbar: Das Verhältnis der Peaks der Masse 2 zum Peak der Masse 28 ist wesentlich kleiner als bei den kugelgelagerten Turbo-Molekularpumpen.

Messung der Kenngrößen

Abb. 3.20 zeigt den Versuchsaufbau zur Bestimmung der Kenngrößen von Turbo-Molekularpumpen. Die Turbo-Molekularpumpe wird, je nach Anforderung, metallisch bzw. elastomergedicht, wenn möglich 24 Stunden ausgeheizt und dann 48 Stunden hindurch auf Enddruck gepumpt.

Danach wird ein diskreter, konstanter pV-Durchfluß eingestellt. Bei vorgegebenem Q wird das Saugvermögen der VV-Pumpe – bei großen Werten beginnend – schrittweise verkleinert und die sich dabei einstellenden Werte von p_{HV} und p_{VV} gemessen. Die Veränderung des Saugvermögens erfolgt entweder durch eine mechanische Drossel (Schieberventil) und / oder durch definierten Gaseinlaß auf der VV-Seite. In diesem Fall wird das Saugvermögen der VV-Pumpe auf die beiden „Gasquellen" Q_{HV} und Q_{VV} aufgeteilt. In beiden Fällen werden an der VV-Pumpe unterschiedliche Saugvermögen eingestellt. Das Ergebnis ist eine Kurve, die die Veränderung des HV-Druckes bei ansteigendem VV-Druck bei konstantem Q_{HV} beschreibt. Durch Variation des Parameters Q_{HV} erhält man eine Kurvenschar, wie sie im Diagramm 1 der Abb. 3.21 für die Turbo-Molekularpumpe TW 70 H dargestellt ist.

Durch die Messung von $\mathbf{p_{HV}}$ als Funktion von $\mathbf{p_{VV}}$ bei vorgegebenem Gasdurchsatz $\mathbf{Q_{HV}}$

$$[p_{HV} = p_{HV}\,(p_{VV})]_{Q\,=\,konstant}$$

entsteht das **„primäre Diagramm"**. Damit sind bereits alle nötigen Daten gewonnen um die anderen Kenngrößen abzuleiten.

Abgeleitete (sekundäre) Diagramme:

1) **Kompression**: Für einen vorgegebenen Gasdurchsatz Q ergeben sich die Kompressionswerte durch Division von $p_{HV}\,(p_{VV})$ durch p_{VV} (Abb. 3.21, Diagramm 2)

$$K(p_{VV}) = p_{VV} / p_{HV}\,(p_{VV})$$

Aus dem Diagramm 2 kann man für den sehr kleinen Gasanfall von 1 sccm eine maximale Kompression von $k \approx 10^5$ ablesen.

2) $\mathbf{k_0}$: Der höchste Abknickpunkt im Diagramm für den vernachlässigbaren Gasdurchfluß von $\approx 10^{-4}$ sccm müsste nahezu k_0 sein. Für elestomergedichtete Pumpen, die kaum ausgeheizt werden können trifft das aber nicht zu. Permeation durch Dich-

Kinetische Vakuumpumpen

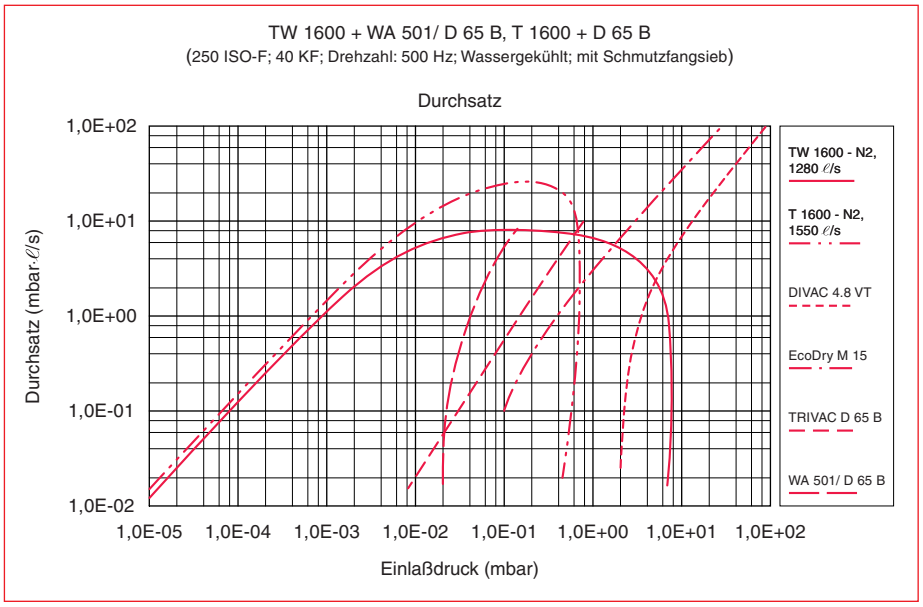


Abb. 3.22
Einsetzbare Vorvakuumpumpen für TMP's gleichen Saugvermögens
a) Klassische Turbo-Molekularpumpe T 1600
b) Wide Range Turbo-Molekularpumpe TW 1600

tungen und Desorption von den Wänden spielen doch eine erhebliche Rolle: Eine vernünftige k_0 Messung kann nur mit metallischen Dichtungen, nach dem Ausheizen und Abkühlen der Pumpe, vom Enddruck aus erfolgen. Die so gewonnenen Werte von k_0 sind allerdings für realistische Prozesse, bei denen meist erhebliche Gasmengen abgepumpt werden müssen, kaum brauchbar. Sie würden den Zustand einer UHV-Anwendung bei Endruck ohne Gasanfall wiedergeben. Beispiel: An einer metallisch gedichteten Pumpe wird bei einem Enddruck von $\approx 2 \cdot 10^{-10}$ mbar $k_0 \approx 10^{10}$ bestimmt, d.h. die Pumpe komprimiert bis 2 mbar und eine VV-Pumpe mit einem Enddruck von $p \approx 1$ mbar wäre ausreichend. Das könnte z.B. eine Membranpumpe sein und würde auch in der Praxis funktionieren, aber nur wenn keinerlei Prozeßgas anfällt. Eine lineare Abhängigkeit Kompressionsverhältnisses k_0 von $\sqrt{M}$ wird experimentell nur für kleine und mittlere Massen bestätigt (M = Molare Masse, Molekulargewicht).

3) Das **Saugvermögen**: Durch Division der Saugleistung Q durch den Druckwert $p_{HV,min}$ ergeben sich die Saugvermögenswerte für diskrete Gasdurchflußwerte (Abb. 3.21, Diagramm 3).

$$S = Q(p_{HV}) / p_{HV,\,min}$$

4) Die **Saugleistung**: Das wichtigste abgeleitete Kenngröße ist die Saugleistung (Gasdurchsatz, throughput) siehe Abb. 3.21, Diagramm 4).

$$Q(p_{HV}) = p_{HV} \cdot S(p_{HV})$$

Wenn die Saugleistung über dem Ansaugdruck dargestellt wird (siehe Diagramm 4) sieht man, daß die Kurve zunächst mit steigendem Druck etwas flacher wird um dann plötzlich steil abzufallen. Das ist „Grenzlinie für Vorvakuumübergabe" oder „fore vacuum limit line". Die horizontale Verbindung der beiden Kurvenäste für einen bestimmten Gasdurchsatz ergibt wieder die zugehörige Kompression. Werden in das selbe Diagramm auch die Saugleistungen von infrage kommenden Vorvakuumpumpen eingetragen so ergibt sich ein sogenanntes **Operationsdiagramm**. Aus diesem kann man für vorwählbare Saugleistungen (Gasdurchsätze) die am besten geeignete Vorvakuumpumpe auswählen. Dieses Verfahren ist in Abschnitt 5.2.4.2 genau beschrieben.

Abb. 3.22 zeigt im selben Operationsdiagramm eine klassische Turbo-Molekularpumpe T 1600 und eine Wide Range Turbo-Molekularpumpe TW 1600. In dieser Darstellung kann man die unterschiedlichen Einsatzmöglichkeiten der beiden Bauformen besonders deutlich erkennen. So wäre beispielsweise die Kombination T 1600 mit einer DRYVAC 48 VT als Vorvakuumpumpe völlig ausgeschlossen; hingegen könnte eine TW 1600 durchaus mit dieser Vorvakuumpumpe betrieben werden. Die günstigsten Kombinationen aus solchen Operationsdiagrammen besonders einfach abgelesen werden.

Extrapolation

Durch rechnergestützte Anpassung von Kurven an die gemessenen Werte („fitten") werden analytische Funktionen gewonnen, die es erlauben alle Zwischenwerte möglichst genau zu beschreiben. Natürlich wird – meist erfolgreich (!) – versucht, die analytischen Ausdrücke mit den theoretischen Ansätzen in Übereinstimmung zu bringen bzw. die beim „fitten" verwendeten Parameter und Konstanten auf diese Weise zu erklären. Die auf diese Weise erstellte Kurvenscharen werden in Datenblättern und Katalogen veröffentlicht.

4 Gasbindende Vakuumpumpen

4.1 Sorptionspumpen

Der Begriff „Sorptionspumpen“ umfaßt alle Vorrichtungen, die zur Beseitigung von Gasen und Dämpfen aus einem Raum Sorptionsmittel verwenden. Die abzupumpenden Gasteilchen werden dabei an den Oberflächen oder im Innern dieser Sorptionsmittel gebunden, und zwar entweder durch physikalische, temperaturabhängige Adsorptionskräfte (sogenannte „van der Waals“-Kräfte), oder durch chemische Sorption, oder durch Absorption oder schließlich durch Einbetten infolge fortwährender Bildung neuer sorbierender Schichten. Analog zur Wirkungsweise unterscheiden wir hierbei **Adsorptionspumpen**, bei denen die Sorption von Gasen lediglich durch temperaturabhängige Adsorptionsvorgänge erfolgt, und **Getterpumpen**, bei denen Sorption und Einbau von Gasen im wesentlichen unter Bildung chemischer Verbindungen erfolgt. Unter gettern versteht man die Bindung von Gasen an reinen, also nicht mit Oxid- oder Karbidschichten bedeckten, meist metallischen Oberflächen. Solche Oberflächenschichten bilden sich immer während der Herstellung, dem Einbau in ein Vakuumsystem oder während der Belüftung des Systems. Die meist metallischen, reinsten Getteroberflächen werden entweder direkt im Vakuum durch Verdampfen (**Verdampferpumpen**) oder durch Kathodenzerstäubung („sputtern“, **Zerstäuberpumpen**) ständig neu hergestellt oder die passivierende Oberflächenschicht des Getters (Metalles) wird durch Ausheizen im Vakuum entfernt, so daß der reine Feststoff freigelegt wird. Dieser Schritt wird Aktivierung genannt (**NEG-Pumpen**, NEG = Non Evaporable Getter). Keine der im folgenden beschriebenen Sorptionspumpen wird zur Zeit von Leybold produziert.

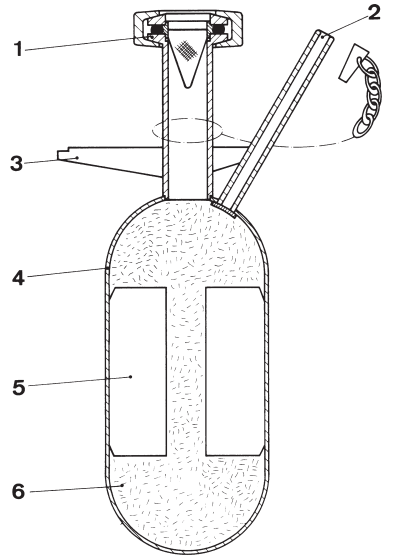
4.1.1 Adsorptionspumpen

Adsorptionspumpen (s. Abb. 4.1) arbeiten nach dem Prinzip der physikalischen Adsorption von Gasen an der Oberfläche von Molekularsieben oder anderen Adsorpionsmitteln (z. B. von aktiviertem Al_2O_3). Als Adsorptionsmittel wird häufig Zeolith 13X verwendet. Dieses Alkali-Alumino-Silikat besitzt eine im Verhältnis zur Masse des Materials außerordentlich große Oberfläche von etwa 1000 m² pro Gramm Festkörpersubstanz. Dementsprechend ist die Gasaufnahmefähigkeit beträchtlich.

Der Porendurchmesser des Zeolith 13X beträgt etwa 13 Å. Er liegt damit in der Größenordnung von Wasserdampf-, Öldampf- und größeren Gasmolekülen (ca. 10^{-7} cm). Nimmt man als mittleren Moleküldurchmesser die Hälfte dieses Wertes, also $5 \cdot 10^{-8}$ cm an, so sind auf einer mit einer Mono-Teilchenschicht belegten Oberfläche von 1 m² etwa $5 \cdot 10^{18}$ Moleküle adsorbiert. Das entspricht für Stickstoffmoleküle mit der relativen molaren Masse M_r = 28 etwa $2 \cdot 10^{-4}$ g bzw. 0,20 mbar · ℓ (siehe hierzu Abschnitt 1.6.1). Eine 1000 m² große Adsorptionsfläche vermag also eine monomolekulare Schicht mit mehr als 133 mbar · ℓ zu binden.

Wasserstoff und leichte Edelgase wie Helium und Neon haben bezüglich der Porengröße (13 Å bei Zeolith 13X) einen relativ kleinen Teilchendurchmesser und werden deshalb nur sehr schlecht adsorbiert.

Die Adsorption von Gasen an Oberflächen ist nicht nur von der Temperatur, sondern vor allem auch vom Druck über der Adsorptionsfläche abhängig. Die Abhängigkeit ist den in Abb. 4.2 aufgeführten Adsorptionsisothermen für einige Gase zu entnehmen. In der Praxis werden Adsorptionspumpen über ein Ventil an den zu eva-



1 Ansaugstutzen,
2 Entgasungsstutzen;
3 Haltestreben;
4 Pumpenkörper;
5 Wärmeleitbleche;
6 Adsorptionsmittel (z.B. Zeolith)

Abb. 4.1
Schnitt durch eine Adsorptionspumpe

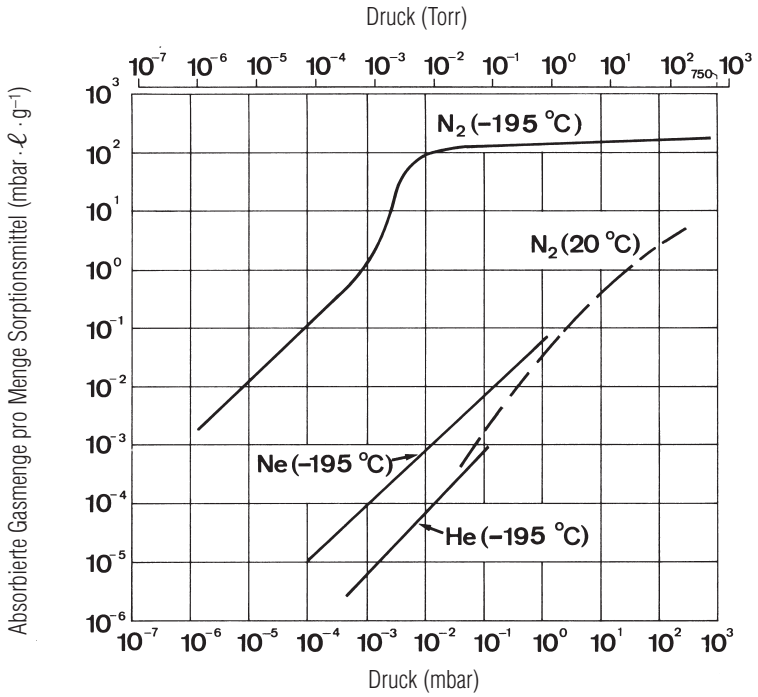


Abb. 4.2
Adsorptionsisothermen von Zeolith 13X für Stickstoff bei –195°C und 20°C, sowie für Helium und Neon bei –195°C

kuierenden Behälter angeschlossen. Erst durch Eintauchen des Pumpenkörpers in flüssigen Stickstoff wird der Sorptionseffekt technisch nutzbar gemacht. Auf Grund der verschiedenen Adsorptionseigenschaften sind Saugvermögen und Enddruck einer Adsorptionspumpe für die verschiedenen Gasanteile unterschiedlich. Beste Werte werden bei Stickstoff, Kohlendioxyd, Wasserdampf und bei Kohlenwasserstoffdämpfen erzielt. Leichte Edelgase werden praktisch nicht gepumpt, weil der Teilchendurchmesser im Vergleich zur Porengröße des verwendeten Zeoliths zu klein ist. Da der Sorptionseffekt mit zunehmender Bedeckung der Zeolithoberfläche abnimmt, geht auch das Saugvermögen mit steigender Anzahl der bereits adsorbierten Teilchen zurück. Das Saugvermögen einer Adsorptionspumpe ist daher abhängig von der Menge des bereits abgepumpten Gases, ist also zeitlich nicht konstant.

Der mit Adsorptionspumpen erreichbare Enddruck wird in erster Linie durch jene Gase bestimmt, die sich zu Beginn eines Pumpprozesses im Behälter befinden und an der Zeolithoberfläche schlecht oder gar nicht adsorbiert werden (wie z.B. Ne oder He). In der gewöhnlichen Luftatmosphäre befinden sich wenige ppm dieser Gase. Unter solchen Bedingungen sind Drücke $< 10^{-2}$ mbar zu erreichen.

Sollen Drücke unter 10^{-3} mbar ausschließlich mit Adsorptionspumpen erzielt werden, darf möglichst kein Neon oder Helium im Gasgemisch vorhanden sein.

Nach einem Auspumpprozeß braucht die Pumpe nur auf Zimmertemperatur erwärmt zu werden, um das adsorbierte Gas freizugeben und das Zeolith wieder einsatzbereit zu machen. Wurde stark wasserdampfhaltige Luft (oder feuchtes Gas) abgepumpt, dann ist zu empfehlen, die Pumpe bis zur völligen Trocknung der Zeolithoberflächen einige Stunden bei 200 °C und darüber auszuheizen.

Zum Auspumpen größerer Behälter wird man in der Praxis mehrere Adsorptionspumpen parallel oder hintereinander geschaltet anschließen. Der Druck wird zunächst durch die erste Pumpstufe von Atmosphärendruck auf einige mbar reduziert, um dabei noch viele Edelgasmoleküle Helium und Neon „mitzureißen“. Nachdem die Pumpen dieser Stufe gesättigt sind, werden die Ventile zu diesen Pumpen geschlossen und ein bisher geschlossenes Ventil zu einer weiteren Adsorptionspumpe mit noch sauberem Adsorptionsmittel geöffnet, so daß diese Pumpe den Rezipienten eine Druckstufe weiter leer pumpt. Dieses Verfahren kann solange fortgesetzt werden, bis der Enddruck durch Hinzuschalten weiterer Adsorptionspumpen nicht mehr verbessert wird.

4.1.2 Verdampferpumpen

Verdampferpumpen sind Sorptionspumpen, bei denen ein Getterstoff durch Verdampfen auf eine gekühlte Fläche fein verteilt aufgebracht wird. An der Oberfläche einer solchen Getterschicht gehen Gasteilchen mit der Gettersubstanz stabile Verbindungen ein, die einen unmeßbar niedrigen Dampfdruck haben. Die aktive Getterschicht wird durch nachfolgende Verdampfung des Gettervorrates ständig erneuert. Allgemein verwendet man als Gettersubstanz bei Verdampferpumpen Titan, das von einem stromerhitzten Draht aus einer Speziallegierung mit hohem Titangehalt verdampft. Obwohl die optimale Sorptionskapazität (etwa ein Stickstoffatom je verdampftes Titanatom) in der Praxis kaum erreicht werden kann, haben Titanverdampferpumpen ein außerordentlich hohes Saugvermögen für aktive Gase, die deshalb besonders bei Anfahrprozessen oder bei plötzlichem Anfall größerer Gasmengen rasch abgepumpt werden können. Speziell als Zusatzpumpe zu Ionenzerstäuberpumpen und Turbo-Molekularpumpen ist ihr Einsatz in vielen Fällen vorteilhaft (ähnlich wie die „Booster“ bei Treibmittelpumpen; siehe Abschnitt 3.1.2).

4.1.3 Ionen-Zerstäuberpumpen (IZ-Pumpen)

Die Pumpwirkung der Ionenzerstäuberpumpen wird von Sorptionsvorgängen erzeugt, die durch ionisierte Gasteilchen in einer Penninggasentladung (Kaltkathoden-Entladung) ausgelöst werden. Durch „Parallelschaltung von vielen einzelnen Penningzellen“ erreicht die Ionenzerstäuberpumpe ein hinreichend hohes Saugvermögen für die einzelnen Gase.

Funktion der Ionen-Zerstäuberpumpe
Die Ionen treffen auf die Kathode der Gasentladungsanordnung auf und zerstäuben das Kathodenmaterial (Titan). Die dadurch an anderen Stellen entstehenden Titan-Niederschläge wirken als Getterfilm und binden die reaktionsfähigen Gasteilchen (z. B. Stickstoff, Sauerstoff, Wasserstoff).

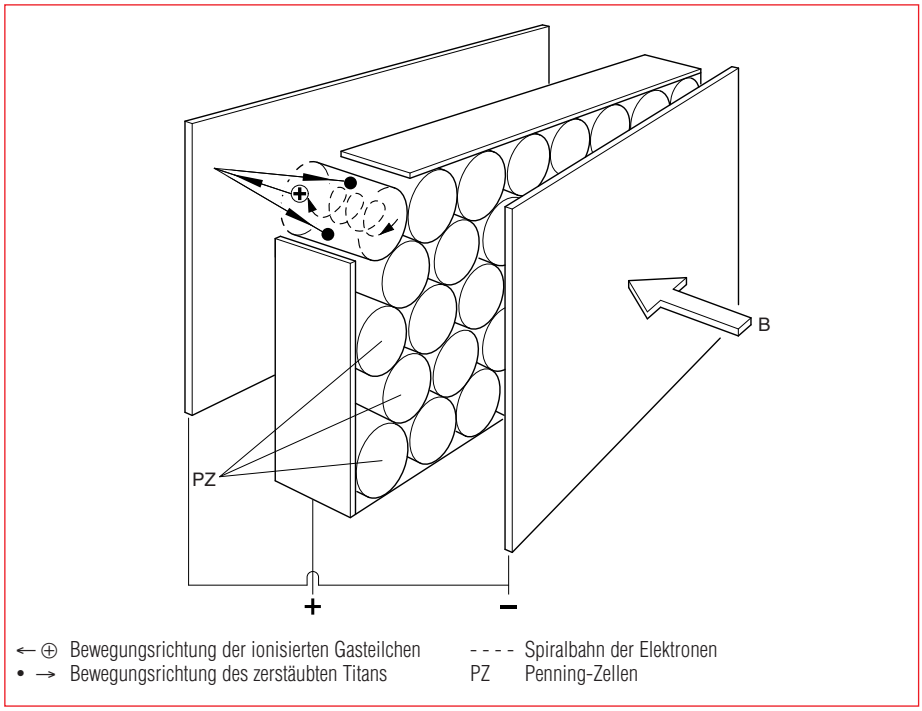


Abb. 4.3
Zur Wirkungsweise der Ionen-Zerstäuberpumpe

Gasbindende Vakuumpumpen

Die Energie der ionisierten Gasteilchen reicht aber nicht nur aus, um das Kathodenmaterial zu zerstäuben, sondern auch, um die auftreffenden Ionen tief in das Kathodenmaterial einzudringen zu lassen (Ionenimplantation). Dieser Sorptionsvorgang „pumpt“ Ionen aller Art, insbesondere aber auch Ionen von Gasen, die mit der durch Zerstäuben gebildeten Titanschicht chemisch nicht reagieren, also vor allem Edelgase.

Zur Erzeugung der Ionen dient folgende Anordnung: Zwischen zwei parallelen Kathodenplatten befinden sich dicht gepackt zylinderförmige Anoden aus Edelstahl, deren Achsen rechtwinklig zu den Kathoden ausgerichtet sind (s. Abb. 4.3). Die Kathoden haben ein negatives Potential von einigen kV gegenüber der Anode. Die ganze Elektrodenanordnung befindet sich in einem homogenen Magnetfeld, das durch einen außen am Pumpengehäuse angebrachten Permanentmagneten erzeugt wird. Die magnetische Flußdichte B = 0,1 T beträgt (1 Tesla =10^4 Gauß). Die durch die Hochspannung erzeugte Gasentladung enthält Elektronen und Ionen. Die Elektronen legen unter dem Einfluß des Magnetfeldes lange Spiralbahnen (s. Abb. 4.3) zurück, ehe sie auf dem Anodenzylinder der entsprechenden Zelle gelangen. Der lange Elektronenweg bedingt eine hohe Ionenausbeute, die auch bei sehr geringen Gasdichten (Drücken) ausreicht, um eine selbständige Gasentladung aufrecht zu erhalten. – Eine Zufuhr von Elektronen aus einer Glühkathode ist nicht erforderlich. – Die Ionen werden wegen ihrer großen Masse von dem Magnetfeld der oben angegebenen Größe auf ihrer Bahn praktisch nicht beeinflußt. Sie fliegen auf kurzem Weg zur Kathode, die sie bombardieren.

Bei den **Diodenpumpen** mit der Elektrodenkonfiguration nach Abb. 4.4 werden die Getterschichten an den Anodenoberflächen und zwischen den Zerstäubungsbereichen auf der Kathode gebildet. Die Implantation der Ionen erfolgt in den Kathodenoberflächen. Bei fortschreitender Kathodenzerstäubung werden die implantierten Gasteilchen wieder freigesetzt. Für Edelgase, die nur durch Ioneneinschluß gepumpt werden können, wird deshalb die Pumpwirkung nach einiger Zeit nachlassen und es tritt ein „Erinnerungseffekt“ auf.

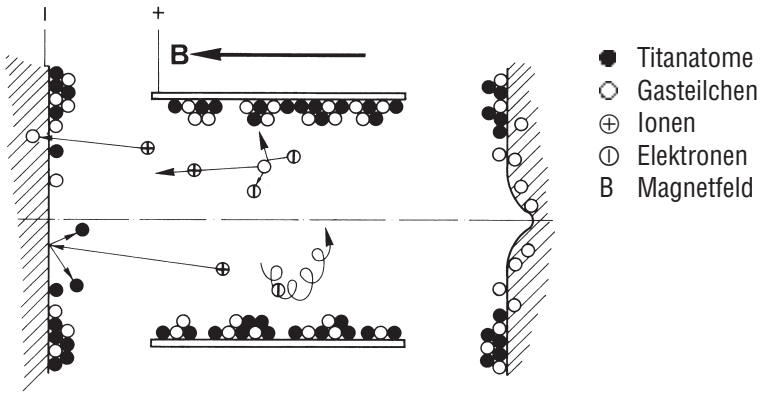


Abb. 4.4
Elektrodenkonfiguration einer Dioden-Ionenzerstäuberpumpe

Die **Triodenpumpen** haben „transparente Kathoden“ und zeigen im Gegensatz zu den Diodenpumpen hervorragende Konstanz des Edelgassaugvermögens, weil Auftragungs- und Zerstäubungsfläche räumlich getrennt sind. Abb. 4.5 zeigt die Trioden Elektrodenkonfiguration. Ihre bessere Wirkungsweise ist so zu erklären: Die Ionen treffen streifend auf die Titanstäbe des Kathodengitters. Die Zerstäubungsrate ist dadurch größer als bei senkrechtem Einfall. Das zerstäubte Titan fliegt in ungefähr gleicher Richtung wie die einfallenden Ionen. Die Getterschichten bilden sich vorzugsweise auf der dritten Elektrode, dem „Auffänger“, der identisch mit der Wand des Pumpengehäuses ist. Dadurch wächst die Ausbeute an Teilchen, die als Ionen streifend auf die Kathode treffen, dann nach Neutralisation reflektiert werden und mit einer Energie zum Auffänger, der Pumpenwand fliegen, die immer noch hoch über der thermischen Energie der Gasteilchen $1/2 \cdot k \cdot T$ liegt. Die energiereichen Neutralteilchen können in die Auffängeroberfläche eindringen, aber ihre Zerstäubungswirkung ist nur noch gering. Später werden diese implantierten Teilchen von neuen Titanschichten endgültig überdeckt. Wegen der entgegengesetzten Potentialdifferenz zwischen Kathode und Auffänger können keine Ionen auf den Auffänger treffen und diesen zerstäuben. Die eingebetteten Edelgasatome können also nicht wieder freigesetzt werden. Das Edelgassaugvermögen der Trioden-Pumpen wird deshalb nicht nachlassen.

Das Saugvermögen der Ionen-Zerstäuber-Pumpen hängt vom Druck und von der Gasart ab. Es wird nach der in DIN 28 429 und PNEUROP 5615 angegebenen Methode gemessen. Die Saugvermögenskurve S = S(p) weist ein Maximum auf. Als Nennsaugvermögen S_n wird das Maximum der mit Luft gemessenen Saugvermögenskurve bezeichnet, wobei der zugehörige Druck angegeben werden muß.

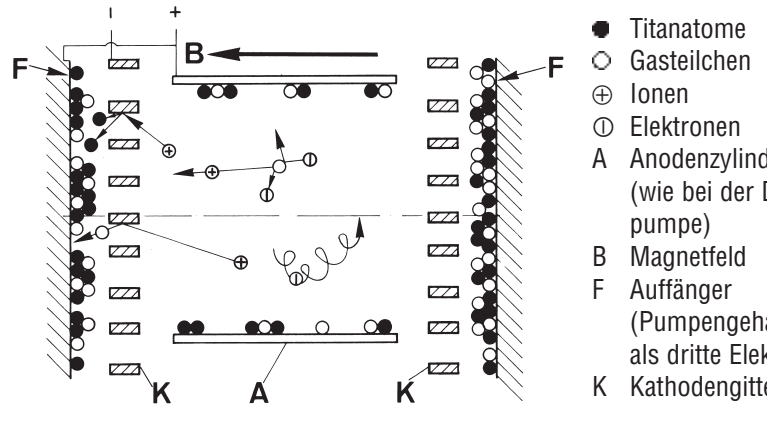


Abb. 4.5
Elektrodenkonfiguration einer Trioden-Ionenzerstäuberpumpe

Gasbindende Vakuumpumpen

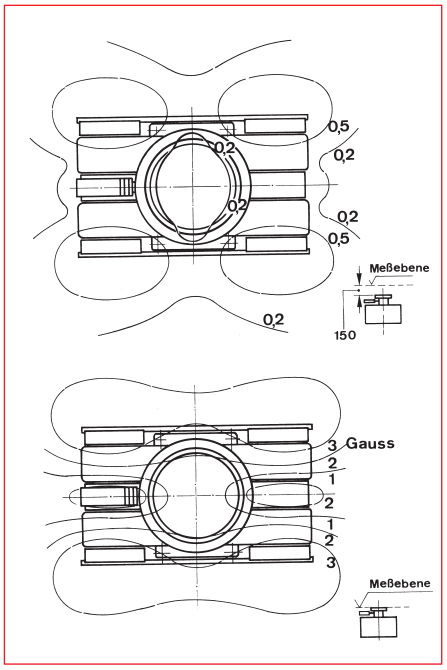


Abb. 4.6
Streumagnetfeld einer Ionen-Zerstäuberpumpe in 2 Ebenen parallel zur Fläche des Ansaugflansches (siehe Teilbilder). Kurven gleichen Betrages der magnetischen Induktion B in Gauß. 1 Gauß = 1 · 10⁻⁴ Tesla

Für Luft, Stickstoff, Kohlendioxyd und Wasserdampf ist das Saugvermögen praktisch gleich. Bezogen auf das Saugvermögen für Luft beträgt das Saugvermögen der Ionen-Zerstäuberpumpen für andere Gase etwa:

Wasserstoff	150 bis 200 %
Methan	100 %
andere leichte Kohlenwasserstoffe	80 bis 120 %
Sauerstoff	80 %
Argon	30 %
Helium	28 %

Die Triodenpumpen zeichnen sich im Gegensatz zu den Diodenpumpen durch hohe Edelgasstabilität aus. Argon wird noch bei $1 \cdot 10^{-5}$ mbar Einlaßdruck stabil abgepumpt. Die Pumpen können ohne Schwierigkeiten bei Drücken über $1 \cdot 10^{-2}$ mbar gestartet und bei Lufteinlaß auch auf Dauer bei $5 \cdot 10^{-5}$ mbar betrieben werden. Eine neuartige Konstruktion der Elektrodensysteme gestattet, die Lebensdauer der Kathoden um 50 % zu verlängern.

Beeinflussung von Prozessen im Vakuumbehälter durch magnetische Streufelder und Streuionen aus der IZ-Pumpe. Die für den Pumpprozeß erforderliche hohe Magnetfeldstärke führt zwangsläufig zu magnetischen Streufeldern in der Umgebung der Magnete. Falls hierdurch Prozesse im Vakuumbehälter störend beeinflußt werden, sollte die betreffende IZ-Pumpe mit einer Abschirmvorrichtung versehen werden. Form und Art solcher Vorrichtungen können so optimal gewählt werden, daß die Prozesse im Vakuumbehälter nicht mehr gestört werden, als durch das ohnehin vorhandene erdmagnetische Feld.

Abb. 4.6 zeigt das magnetische Streufeld in der Ebene des Ansaugflansches einer Ionen-Zerstäuberpumpe IZ 270 sowie in einer dazu parallelen Ebene in einem Abstand von 150 mm. Sollen Streuionen aus dem Entladungsraum der Ionenzerstäuberpumpe nicht in den Vakuumbehälter gelangen, so kann eine entsprechende Abschirmung durch ein Metallsieb auf Gegenpotential in der Ansaugöffnung der IZ-Pumpe erfolgen (Ionensperre). Dadurch wird allerdings das Saugvermögen der Ionen-Zerstäuberpumpe entsprechend der gewählten Maschenweite des Metallsiebes reduziert.

4.1.4 Massivgetterpumpen (NEG-Pumpen)

Die Massivgetterpumpe arbeitet mit einem nicht verdampfenden, kompakten Gettermaterial (NEG = non evaporable getter), dessen Struktur atomar porös ist und so große Gasmengen aufnehmen kann. Die an der Oberfläche des Gettermaterials adsorbierten Gasteilchen diffundieren rasch in das Materialinnere und machen so weiteren Gasteilchen Platz, die an der Oberfläche auftreffen. Die Massivgetterpumpe enthält ein Heizelement, mit dem das Gettermaterial auf die je nach Art der vorzugsweise abzupumpenden Gase auf optimale Betriebstemperatur erwärmt wird. Bei darüber liegender Temperatur wird das mit Gas gesättigte Gettermaterial regeneriert (aktiviert). Als Gettermaterial werden vor allem Zirkonium-Aluminium Legierungen, vielfach in Form von Blechstreifen, verwendet. Die besonderen Eigenschaften von NEG-Pumpen sind:

- konstantes Saugvermögen im HV und UHV
- keine Druckbegrenzung bis etwa 12 mbar
- besonders hohes Saugvermögen für Wasserstoff und seine Isotope
- nach dem Aktivieren kann die Pumpe vielfach bei Raumtemperatur arbeiten und braucht dann keine elektrische Energie
- keine Störungen durch Magnetfelder
- kohlenwasserstoffreies Vakuum
- vibrationsfrei
- geringes Gewicht

NEG-Pumpen werden meist in Kombination mit anderen UHV-Pumpen eingesetzt (Turbo-Molekular- und Kryopumpen). Diese Kombinationen haben sich als besonders nützlich erwiesen, um den Enddruck in UHV-Systemen zu senken, da Wasserstoff den Hauptanteil am Enddruck einer UHV-Anlage bildet, wofür gerade die NEG-Pumpe ein hohes Saugvermögen hat, während die Pumpwirkung anderer Pumpen für H_2 gering ist. Einige typische Einsatzbeispiele für NEG-Pumpen sind Teilchenbeschläuniger und ähnliche Forschungsanlagen, Oberflächenanalysengeräte, SEM-Kolonnen und Sputtersysteme. NEG-Pumpen werden mit Saugvermögen von einigen ℓ/s bis etwa 1000 ℓ/s hergestellt. Mit Spezialausführungen werden sogar Saugvermögen für Wasserstoff erreicht, die noch um viele Größenordnungen höher liegen.

4.2 Kryopumpen

Wir wissen alle, daß sich an kalten Wasserleitungen oder Fensterscheiben Kondenswasser niederschlägt oder sich auf der Verdampfereinheit im Kühlschrank Reif bzw. Eis bildet. Diese aus dem täglichen Leben bekannte Erscheinung der Kondensatbildung von Gasen und Dämpfen, insbesondere von Wasserdampf an kalten Flächen, findet nicht nur bei Atmosphärendruck, sondern auch im Vakuum statt.

Das wird in Kondensatoren (siehe 2.1.2.7), vor allem bei chemischen Vakuumprozessen schon lange ausgenützt; früher gab es viele mit Kältemaschinen gekühlte Baffle an Diffusionspumpen. Auch in einem abgeschlossenen Raum (Rezipient) bedeutet Kondensatbildung an einer kalten Fläche, daß dort eine große Menge von Gasteilchen aus dem Verkehr gezogen wird: Sie bleiben auf der Kaltfläche sitzen und beteiligen sich nicht weiter am hektischen Treiben in der Gasatmosphäre des Rezipienten. Wir sagen

dann, diese Teilchen sind gepumpt und sprechen von Kryopumpen, wenn das „Pumpen“ durch Kaltflächen erfolgt.

Die damit verbundene Kryotechnik unterscheidet sich von der üblichen Kältetechnik dadurch, daß die Kryotechnik im Temperaturbereich < 120 K (< –153 °C) angesiedelt ist. Wir haben es im folgenden mit zwei Fragenkomplexen zu tun:

a) Wie erzeugt man die Kälte in der Kyotechnik bzw. in Kryopumpen und wie wird die Wärmebelastung der Kaltfläche abgeführt bzw. verringert?

b) Was sind die Wirkungsmechanismen der Kryopumpen?

4.2.1 Arten von Kryopumpen

Nach der Art der Kälteerzeugung unterscheidet man

- Bad-Kryopumpen
- Verdampfer-Kryopumpen
- Refrigerator-Kryopumpen

Bei **Bad-Kryopumpen** im einfachsten Fall eine mit LN_2 (flüssigem Stickstoff) gefüllte Kühlfalle – wird die Pumpfläche durch direkten Kontakt mit einem verflüssigten Gas gekühlt. An einer LN_2-gekühlten Fläche ($T \approx 77$ K) können H_2O und CO_2 kondensiert werden. Mit einer auf ≈ 10 K gekühlten Fläche können alle Gase außer He, Ne und H_2 durch Kondensation gepumpt werden. An einer mit flüssigem Helium ($T \approx 4{,}2$ K) gekühlten Fläche können alle Gase außer He kondensiert werden.

Bei **Verdampfer-Kryopumpen** ist die Kaltfläche als Wärmetauscher ausgebildet. Aus einem externen Vorratsgefäß wird mit Hilfe einer Förderpumpe (Vorvakuumpumpe) flüssiges Helium in ausreichender Menge in den Verdampfer gefördert, um die gewünschte Temperatur der Kaltfläche zu erreichen.

Das flüssige Helium verdampft im Wärmetauscher und bewirkt dadurch die Kühlung der Kaltfläche. Das anfallende Abgas (He) wird in einem zweiten Wärmetauscher zur Kühlung eines Baffles und eines Strahlungsschildes, der die Kaltfläche vor der Strahlung der Umgebung schützt, ausgenutzt. Das von der Förderpumpe ausgestoßene kalte Helium-Abgas wird einer Helium-Rückgewinnungsanlage zugeführt. Durch Regeln des Helium-Stromes kann die Temperatur der Kaltflächen verändert werden.

1 Kompressoreinheit
2 Flexible Druckleitungen
Kryopumpe mit
3 Kaltkopf
4 Baffle und
5 Pumpflächen

Abb. 4.7
Gesamtumfang einer Refrigerator-Kryopumpe

Heute werden vakuumtechnisch fast nur noch **Refrigerator-Kryopumpen** verwendet („Kälte aus der Steckdose“). Sie funktionieren grundsätzlich ähnlich wie ein Haushaltskühlschrank, wobei als thermodynamische Kreisprozesse mit Helium als Kältemittel der

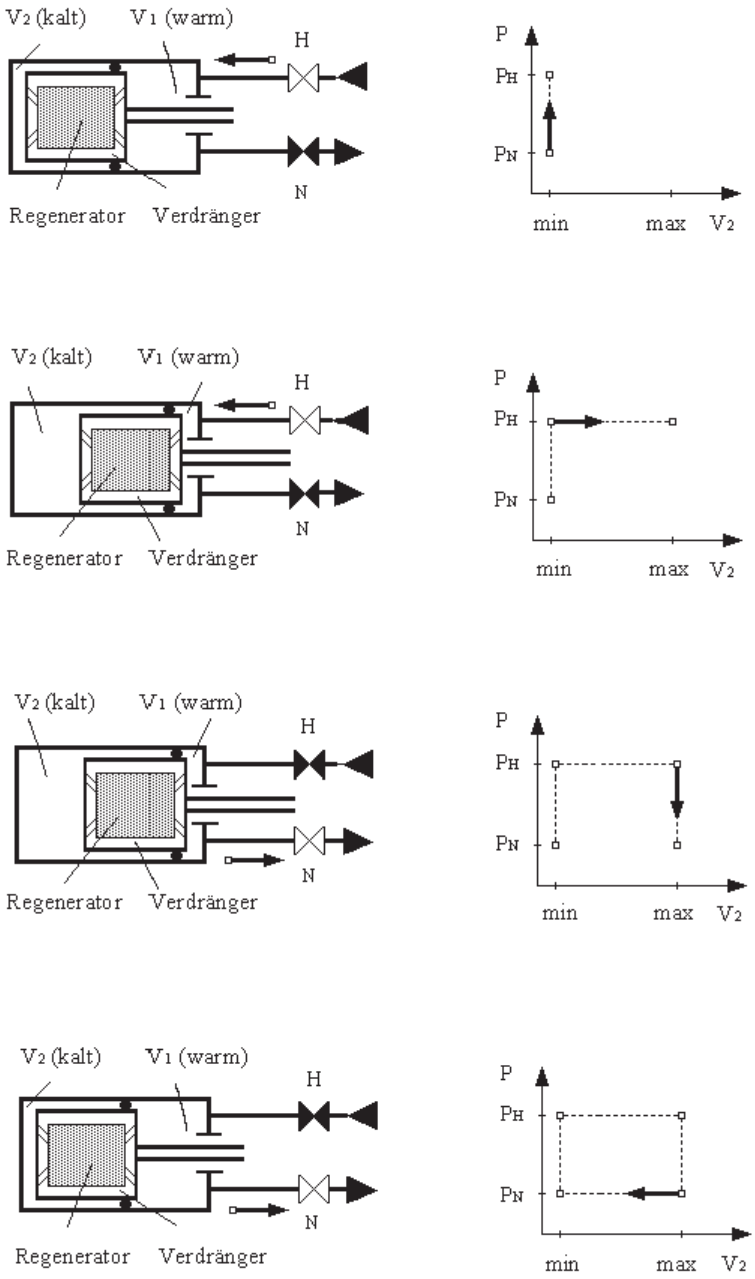
- Gifford-McMahon Prozeß
- Stirling Prozeß
- Brayton Prozeß
- Claude Prozeß

in Frage kommen. Der Gifford-McMahon Prozeß ist der heute am weitesten verbreitete und technisch am weitesten entwickelte Prozeß. Er bietet die Möglichkeit, die große Kompressoreinheit von der Entspannungseinheit, in der die Kälte erzeugt wird, räumlich zu trennen. So kann eine kompakte und vibrationsarme Kältequelle gebildet werdet. Die von LEYBOLD seriemäßig hergestellten Kryopumpen arbeiten mit 2-stufigen Kaltköpfen nach dem Gifford-McMahon Prozeß, der anschließend näher besprochen wird.

Den Gesamt-Umfang einer Refrigerator-Kryopumpe zeigt Abb. 4.7. Die Kompressoreinheit (1), ist mittels flexibler Druckleitungen (2) mit der Kryopumpe (3) verbunden ist. Die Kryopumpe selbst besteht aus dem Pumpengehäuse und dem darin angebrachten Kaltkopf. Als Kältemittel wird Helium verwendet, das mit Hilfe des Kompressors im geschlossenen Kreislauf zirkuliert.

4.2.2 Kaltkopf und dessen Arbeitsweise (s. Abb. 4.8)

Im Kaltkopf wird ein Zylinder durch einen Verdrängerkolben (Displacer) in zwei Arbeitsräume V_1 und V_2 geteilt. Im Betrieb ist der rechte V_1 warm und der linke V_2 kalt. Der Verdränger wird pneumatisch gesteuert hin und her bewegt, so daß das Gas durch den Verdränger und damit durch den im Inneren des Verdrängers befindlichen Regenerator gedrängt wird. Der Regene-



Phase 1:
Der Verdränger ist am linken Totpunkt; V_2, wo die Kälte erzeugt wird, hat seine minimale Größe. Ventil N bleibt geschlossen, H wird geöffnet. Gas mit Druck p_H strömt durch den Regenerator in V_2 ein. Durch Druckerhöhung in V_1 erwärmt sich dort das Gas.

Phase 2:
Ventil H bleibt offen, Ventil N geschlossen; der Verdränger bewegt sich nach rechts und schiebt das Gas aus V_1 durch den Regenerator nach V_2 , wobei es am kalten Regenerator abgekühlt wird; V_2 nimmt sein maximales Volumen an.

Phase 3:
Das Ventil H wird geschlossen und das Ventil N zum Niederdruckreservoir geöffnet. Das Gas expandiert von p_H auf p_N und kühlt dabei ab. Dadurch wird der Umgebung Wärme entzogen und mit dem expandierenden Gas zum Kompressor transportiert.

Phase 4:
Der Verdränger bewegt sich bei geöffnetem Ventil N nach links; das Gas aus $V_{2,\,max}$ strömt durch den Regenerator, kühlt diesen ab und strömt in das Volumen V_1 und in das Niederdruckreservoir. Damit ist der Kreislauf beendet.

Abb. 4.8
Phasen der Kälteerzeugung mit einem einstufigen Kaltkopf nach dem Gifford-MacMahon Prozeß

rator ist ein Wärmespeicher mit großer Austauschfläche und Kapazität, der die Funktion des Wärmetauschers im Kreislauf übernimmt. In Abb. 4.8 sind die vier Phasen der Kälteerzeugung in einem einstufigen Refrigerator-Kaltkopf nach dem Gifford-McMahon Prinzip skizziert.

Bei der Hubfrequenz f ist dann die Kälteleistung des Refrigerators:

$$W = (V_{2,\,max} - V_{2,\,min}) \cdot (p_H - p_N) \cdot f \qquad (4.1)$$

Der zweistufige Kaltkopf

Die von LEYBOLD serienmäßig hergestellten Refrigerator-Kryopumpen verwenden einen zweistufigen Kaltkopf, der nach dem Gifford-McMahon Prinzip arbeitet (siehe Abb. 4.8). Bei zwei hintereinander geschalteten Stufen wird in der ersten Stufe des Kaltkopfes die Temperatur des Heliums auf etwa 30 K und danach in der zweiten Stufe weiter auf 10 K gesenkt. Die erzielbaren niedrigen Temperaturen hängen unter anderem von der Art des Regenerators ab. Üblicherweise wird in der ersten Stufe als Regenerator Kupferbronze und in der zweiten Stufe Blei verwendet. Für Spezialanwendungen, wie etwa für Kryostate bei sehr tiefen Temperaturen ($T < 10$ K) stehen andere Stoffe als Regeneratoren zur Verfügung. Abb. 4.9 zeigt schematisch den Aufbau eines zweistufigen Kaltkopfes. Durch einen Steuermechanismus mit einem motorgetriebenen Steuerventil (18) mit Steuerscheibe (17) und Steuerbohrungen wird zuerst der Druck im Steuervolumen (16) geändert, was die Bewegung der Displacer (6) der

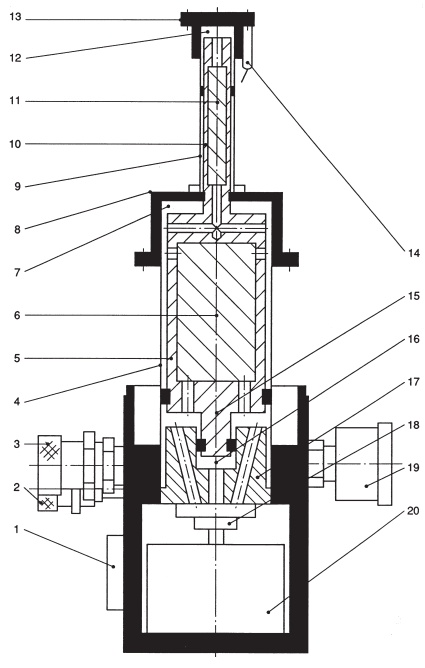
ersten Stufe und (11) der zweiten Stufe veranlaßt; gleich danach wird durch den Steuermechanismus auch der Druck im gesamten Zylindervolumen auf den gleichen Wert gebracht. Über flexible Druckleitungen ist der Kaltkopf mit dem Kompressor verbunden.

4.2.3 Die Refrigerator-Kryopumpe

Abb. 4.10 zeigt den prinzipiellen Aufbau einer Kryopumpe. Sie wird mit einem zweistufigen Kaltkopf gekühlt. Der Strahlenschutz (5) mit dem Baffle (6) wird gut wärmeleitend an die ersten Stufe (9) des Kaltkopfes angekoppelt. Für Drücke unterhalb von 10^{-3} mbar wird die Wärmebelastung hauptsächlich durch die thermische Strahlung bestimmt. Da die zweite, kältere Stufe eine deutlich kleinere Leistung (z. B. bei T2 = 20 K) als die erste Stufe hat, muß sie gegenüber dieser Strahlung abgeschirmt werden. Deshalb ist die zweiten Stufe (7) mit den Kondensations- und Kryosorptionsflächen (8) von dem Strahlungsschutz (5) umgeben, der auf der Innenseite schwarz und auf der Außenseite poliert und vernickelt ist. Bei unbelasteter Kryopumpe stellen sich an Baffle und Schutzschild (erste Stufe) Temperaturen von 50 - 80 K und an den Kondensationsflächen an der zweiten Stufe etwa 10 - 20 K ein. Für den eigentlichen Pumpvorgang sind diese Oberflächentemperaturen der Kaltflächen entscheidend. Sie werden durch die vom Kaltkopf gelieferte Kälteleistung einerseits und die Wärmebelastung durch thermische Strahlung, sowie durch die Wärmeableitung an das Pumpengehäuse andererseits bestimmt. Beim Betrieb der Kryopumpe führt die Belastung durch das Gas und die Kondensationswärme zu weiterer Erwärmung der Kondensationsflächen. Die Oberflächentemperatur wird nicht durch die Temperatur der Kaltfläche allein, sondern auch durch die Temperatur des schon auf die Kaltfläche aufgefrorenen Gases bestimmt. Die an der zweiten Stufe (7) des Kaltkopfes befestigten Kaltflächen (8) sind auf der Innenseite mit Aktivkohle beschichtet, um schwer kondensierbare Gase durch Kryosorption pumpen zu können (siehe 4.2.4).

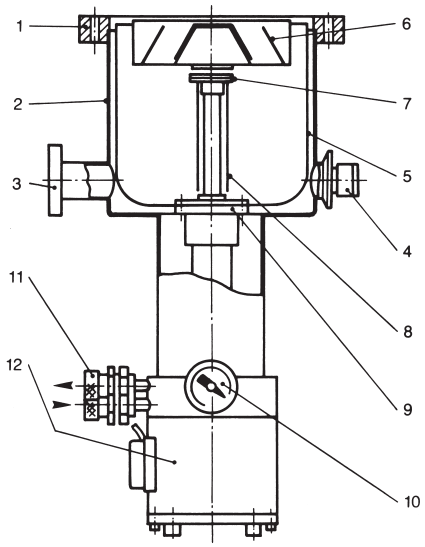
In einigen Fällen werden Kryopumpen auch lediglich einstufig ausgebildet. Recht verbreitet ist dabei die Benutzung von Flüssigstickstoff zum Kühlen einer 77 K-Kaltfläche zur Kondensation von Wasserdampf oder Öldämpfen. In jüngerer Zeit haben aber auch hier Produkte Anwendung gefunden, die von Refrigeratoren gekühlt werden (einstufiger Gifford-McMahon Kaltkopf, Stirling Kühler, Joule-Thomson Entspannung eines Gasgemischs).

Direkt im Rezipienten angebrachte Kryopumpen / Kaltflächen, sei es Flüssigstickstoff gekühlt (Meissnerfalle) oder Maschinen gekühlt (z. B. PolyCold) werden vor dem Belüften „warmgefahren“ um die enorme Kondensatbildung und Wärmebelastung bei Atmosphärendruck zu vermeiden. Auf diese Weise werden sie im Prozeßtakt regeneriert. Solche Kaltflächen spielen unter anderem in der Halbleiter-Prozeßtechnik eine Rolle. In Kombination mit Turbomolekularpumpen wird eine deutliche Vergrößerung des Wasserdampfsaugvermögens erreicht.



1 elektrische Anschlüsse und Stromdurchführung für Kaltkopfmotor
2 He-Hochdruckanschluß
3 He-Niederdruckanschluß
4 Zylinder 1. Stufe
5 Verdrängerkolben 1. Stufe
6 Regenerator 1. Stufe
7 Expansionsvolumen 1. Stufe
8 1.(Kälte) Stufe (Kupferflansch)
9 Zylinder 2. Stufe
10 Verdrängerkolben 2. Stufe
11 Regenerator 2. Stufe
12 Expansionsvolumen 2. Stufe
13 2. (Kälte) Stufe (Kupferflansch)
14 Dampfdruckmeßkammer
15 Steuerkolben
16 Steuervolumen
17 Steuerscheibe
18 Steuerventil
19 Manometer für Wasserstoff-Dampfdruck-Thermometer
20 Kaltkopfmotor

Abb 4.9
Zweistufiger Kaltkopf



1 Hochvakuumflansch
2 Pumpen-Gehäuse
3 Vorvakuumflansch
4 Sicherheitsventil für Gasabfuhrleitung
5 Strahlungsschutzschild
6 Baffle
7 Zweite Stufe des Kaltkopfes (≈10 K)
8 Pumpflächen
9 Erste Stufe des Kaltkopfes (≈50 – 80 K)
10 Manometer für Wasserstoff-Dampfdruck-Thermometer
11 Helium-Gasanschlüsse
12 Kaltkopfmotor mit Gehäuse und elektrischen Anschlüssen

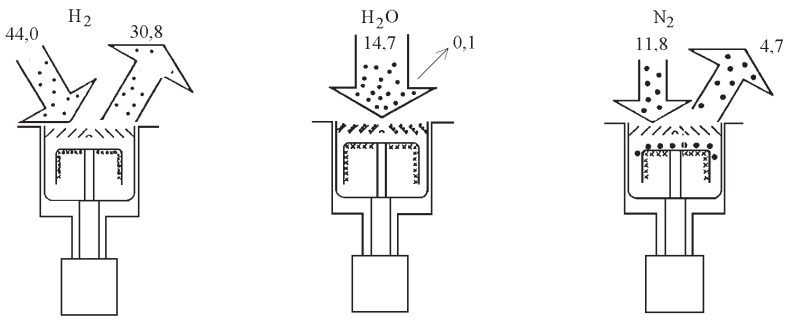
Abb. 4.10
Aufbau einer Refrigerator-Kryopumpe (schematisch)

4.2.4 Bindung von Gasen an Kaltflächen

Wir unterscheiden verschiedene Bindungsmechanismen an Kaltflächen:

Kryokondensation ist die pysikalische, reversible Bindung von Gasmolekülen durch Van der Waals'sche Kräfte auf hinreichend kalten arteigenen Unterlagen. Die Bindungsenergie ist gleich der Verdampfungsenergie der festen Phase des gebundenen Gases an der Oberfläche und nimmt daher mit steigender Kondensatdicke entsprechend dem ebenfalls steigenden Dampfdruck ab. **Kryosorption** ist die physikalische, reversible Bindung von Gasmolekülen durch Van der Waals'sche Kräfte an hinreichend kalten artfremdem Unterlagen. Die Bindungsenergie ist gleich der Adsorptionswärme, die größer als die Verdampfungswärme ist. Sobald eine Monoschicht gebildet wurde, treffen die nachfolgenden Moleküle dann auf eine arteigene Unterlage (Sorbat) und der Prozeß geht in Kryokondensation über. Die niedrigere Bindungsenergie für Kryokondensation verhindert ein weiteres Anwachsen der Kondensatschicht, wodurch die Kapazität für adsorbierte Gase begrenzt ist. Die verwendeten Adsorbentien, wie Aktivkohle,

Gasbindende Vakuumpumpen



Wasserstoff | Wasserdampf | Stickstoff

Auf den Ansaugflansch der Kryopumpe bezogenes, theoretisches Saugvermögen in ℓ / s · cm²
(eintretendes Gas auf Raumtemperatur, dh. T_{gas} = ca. 300 K):

44, | 14,7 | 11,8

Auf den Ansaugflansch der Kryopumpe bezogenes, gemessenes Saugvermögen in ℓ / s · cm²:

13,2 | 14,6 | 7,1

Verhältnis theoretisches / gemessenes Saugvermögen:

30% | 99% | 60%

Abb 4.11
Kaltflächen – Temperatur und Lage bestimmen die Wirksamkeit in der Kryopumpe

Kieselgel, Tonerdegel und Molekularsieb haben jedoch eine poröse Struktur mit sehr großen spezifischen Oberflächen von etwa $10^6 \cdot m^2/kg$.

Kryotrapping nennt man den Einbau eines tiefsiedenden, schwer pumpbaren Gases, z.B. Wasserstoff, in eine Matrix eines höhersiedenden und leichter pumpbaren Gases wie beispielsweise Ar, CH_4 oder CO_2. Bei gleicher Temperatur hat das Mischkondensat einen um Zehnerpotenzen niedrigeren Sättigungsdampfdruck als das reine Kondensat des tiefersiedenden Gases. Dieser Mechanismus kann durch Einleiten eines leicht kondensierbaren Majoritätsgases gezielt auf ein schwer pumpbares Gas angewendet werden. In den meisten Kryopumpen ist es jedoch nur ein nicht separat erkennbarer Nebeneffekt beim Pumpen von Gasgemischen.

Der hauptsächliche Bindemechanismus in Kryopumpen ist die Kryokondensation, d.h. das Aufwachsen einer eisartigen Schicht. Die Wärmeleitfähigkeit der kondensierten (festen) Gase ist sehr stark von der Struktur und damit von der Entstehung des Kondensates abhängig. Es sind Schwankungen der Wärmeleitung um einige Zehner-Potenzen möglich! Mit wachsender Kondensatdicke nimmt der Wärmewiderstand und damit die Oberflächentemperatur zu und folglich das Saugvermögen ab. Als Nennsaugvermögen wird der Maximalwert der frisch regenerierten Pumpe angegeben. Die Bindung der verschiedenen Gase in der Kryopumpe erfolgt in drei Schritten: Zunächst trifft das Gemisch aus Gasen und Dämpfen auf das Baffle, dessen Temperatur bei etwa 80 K liegt. Hier werden vor allem H_2O und CO_2 kondensiert. Die übrigen Gase durchdringen das Baffle und stoßen auf die Außenseite der ≈ 10 K kalten Kondesationsfläche der zweiten Stufe. Dort werden Gase wie N_2, O_2 oder Ar kondensieren. Übrig bleiben nur H_2, He und Ne. Diese können können auf den Kondensationsflächen nicht gepumpt werden und gelangen nach einigen Stößen mit dem Strahlenschutz auf die Innenseite dieser Flächen. Erst an diesen mit einem Adsorbat (Aktivkohle) belegten Flächen werden H_2, He oder Ne durch Kryosorption gebunden. Deshalb werden für die Betrachtung der Kryopumpe die Gase in drei Gruppen eingeteilt, je nach dem bei welcher der in der Kryopumpe „anstehenden" Temperaturen ihr Sättigungsdampfdruck unter 10^{-9} mbar fällt:

1. Gruppe:
   $p_s < 10^{-9}$ mbar bei T ≈77 K (LN_2) : H_2O, CO_2
2. Gruppe:
   $p_s < 10^{-9}$ mbar bei T ≈ 20 K: N_2, O_2, Ar
3. Gruppe:
   $p_s < 10^{-9}$ mbar bei T < 4,2 K: H_2, He, Ne

4.2.5 Saugvermögen und Lage der Kaltflächen

Unter Berücksichtigung sowohl der Lage der jeweiligen Pumpfläche in der Kryopumpe, also des Leitwertes vom Vakuumflansch bis zu dieser Fläche, als auch der subtraktiven Pumpfolge (was schon am Baffle kondensiert wurde, kann nicht mehr auf die Kondensationsflächen der zweiten Stufe treffen und dort Kapazität blockieren) ergibt sich das in Abb. 4.11 dargestellte Bild.

Die auf die Pumpe einfallenden Teilchenströme ergeben nach Gleichung 4.5 mit T = 293 K die berechneten Werte für das flächenbezogene, theoretische Saugvermögen. Die unterschiedlichen Saugvermögen sind für drei repräsentative Gase H_2, N_2 und H_2O aus den drei erwähnten Gruppen zusammengefaßt. Da Wasserdampf auf der gesamten Eintrittsfläche der Kryopumpe gepumpt wird, entspricht das gemessene Saugvermögen für Wasserdampf fast dem Wert des für den Ansaugflansch der Kryopumpe berechneten theoretischen Saugvermögens. Dagegen muß N_2 zunächst das Baffle überwinden, bevor er auf der Kryokondensationsfläche gebunden werden kann. Je nach Ausbildung des Baffles werden 30 bis 50 Prozent der N_2-Moleküle reflektiert. H_2 erreicht nocht später, erst nach weiteren Wandstößen im Inneren der Pumpe und der damit verbundenen Abkühlung des Gases, die Kryosorptionsflächen. Bei optimaler Pumpflächenauslegung und guter Kontaktierung der Aktivkohle kann bis zu 50 Prozent des H_2 gebunden werden, der das Baffle überwunden hat. Wegen der begrenzten Erreichbarkeit der pumpenden Flächen und der Abkühlung des Gases im Inneren der Pumpe durch Wandstöße noch vor Erreichen der jeweiligen Pumpfläche erreicht das gemessene Saugvermögen für diese beiden Gase nur einen Bruchteil des flächenbezogenen, theoretischen Saugvermögens. Der nicht gepumpte Teil wird hauptsächlich am Baffle reflektiert. Außerdem ist die Adsorptionswahrscheinlichkeit für H_2 auf den verschiedenen Adsorbentien

unterschiedlich und < 1, während die Wahrscheinlichkeit der Kondensation für Wasserdampf und $N_2 \approx 1$ ist.

Aus der Bemessung der Größe der drei Flächen (Baffle, Kondensationsfläche an der Außenseite der zweiten Stufe und der Sorptionsfläche auf der Innnenseite der zweiten Stufe) resultieren drei unterschiedliche Kapazitäten oder Fassungsvermögen für die dort pumpbaren Gase. Bei der Konstruktion einer Kryopumpe wird normalerweise von einer mittleren Gaszusammensetzung (Luft) ausgegangen, die naturgemäß nicht für alle Vakuumprozesse (z. B. Sputter-Prozesse) die richtige Kombination ist. Siehe 4.2.6 „Teilweises oder partielles Regenerieren".

4.2.6 Kenngrößen einer Kryopumpe

Als Kenngrößen einer Kryopumpe bezeichnet man (in alphabetischer Reihenfolge) vor allem:

- Abkühlzeit
- Crossover-Wert
- Enddruck
- Kapazität
- Kälteleistung und Nettokälteleistung
- Regenerierzeit
- Saugleistung und maximaler pV-Strom
- Saugvermögen
- Standzeit / Betriebsdauer
- Startdruck

Abkühlzeit: Die Abkühlzeit von Kryopumpen ist die Zeitspanne von Inbetriebnahme bis zum Einsetzen der Pumpwirkung. Bei Refrigerator-Kryopumpen wird als Abkühlzeit die Zeit angegeben, die für die Abkühlung der zweiten Kaltkopf-Stufe von 293 K auf 20 K erforderlich ist.

Crossover-Wert: Der Crossover-Wert ist eine Kenngröße der eingekühlten Refrigerator-Kryopumpe. Er ist von Bedeutung, wenn die Pumpe über ein HV/UHV-Ventil an die Vakuumkammer angeschlossen ist. Der Crossover-Wert ist die auf $T_n = 293$ K bezogene Gasmenge, welche die Vakuumkammer zum Zeitpunkt des Öffnens des Ventils maximal enthalten darf, damit die Temperatur der Pumpflächen durch den kurzzeitig erhöhten Gasanfall beim Öffnen des Ventils nicht über 20 K ansteigt, denn dies könnte ein Wiederverdampfen bereits gepumpter Gase hervorrufen. Der Crossover-Wert wird meist als pV-Wert in mbar · ℓ angegeben.

T_K (K)	Enddruck (nach Gleichung 4.3)	Enddruck (mbar) H_2	Enddruck (mbar) N_2
2,5	$10{,}95 \cdot p_s$	$3{,}28 \cdot 10^{-14}$	unmeßbar klein
4,2	$8{,}66 \cdot p_s$	$4{,}33 \cdot 10^{-9}$	unmeßbar klein
20	$3{,}87 \cdot p_s$	$3{,}87 \cdot 10^{+3}$	$3{,}87 \cdot 10^{-11}$

Tabelle 4.1
Enddrücke bei einer Wandtemperatur von 300 K

Aus dem Crossover-Wert und dem Kammervolumen V ergibt sich der Crossover-Druck p_c, auf den die Vakuumkammer vorevakuiert werden muß, bevor das Ventil zur Pumpe geöffnet wird. Als Richtwert gilt:

$$p_c \leq \frac{35}{V} \cdot \dot{Q}_2(20K)\ \text{mbar} \qquad (4.2)$$

V = Volumen der Vakuumkammer (ℓ)
Q_2 (20K) = Netto-Kälteleistung in Watt, die an der zweiten Stufe des Kaltkopfes bei 20 K zur Verfügung steht.

Enddruck p_{end}: Für den Fall der Kryokondensation (siehe Abschnitt 4.2.4) ergibt sich der Enddruck zu:

$$p_{end} = p_s(T_K) \cdot \sqrt{\frac{T_G}{T_K}} \qquad (4.3)$$

p_s ist der Sättigungsdampfdruck des oder der zu pumpenden Gase bei der Temperatur T_K der Kaltfläche und T_G die Gastemperatur (Wandtemperatur in der Umgebung der Pumpfläche).

Beispiel: Mit Hilfe der Dampfdruckkurven in Abb. 13.15 von Abschnitt 13 für H_2 und N_2 ergeben sich die in Tabelle 4.1 zusammengestellten Enddruckwerte mit $T_G = 300$ K.

Die Tabelle 4.1 zeigt, daß für Wasserstoff bei Temperaturen von T < 3 K bei einer Gastemperatur von $T_G = 300$ K (wenn also die Kaltfläche der Wärmestrahlung der Wand ausgesetzt ist) hinreichend niedrige Enddrücke erreichbar sind. Die theoretischen Enddrücke stellen sich jedoch in der Praxis wegen verschiedener Störfaktoren wie Desorption von der Wand und Leckage nicht ein.

Kapazität C (mbar · ℓ): Die Kapazität einer Kryopumpe für ein bestimmtes Gas ist diejenige Gasmenge (pV-Wert bei $T_n = 293$ K), die von den Pumpflächen gebunden werden kann, bevor das Saugvermögen der Pumpe für diese Gasart G auf unter 50 Prozent seines Anfangswertes abfällt.

Die Kapazität für Gase, die durch Kryosorption gepumpt werden, wird durch die Menge und Beschaffenheit des Sorptionsmittels bestimmt; sie ist druckabhängig und im allgemeinen um mehrere Größenordnungen kleiner als die druckunabhängige Kapazität für jene Gase, die durch Kryokondensation gepumpt werden.

Bei der Kryokondensation kann eine bis zu einige cm dicke Kondensatschicht auf der Kaltfläche aufwachsen, wodurch sich der freie Raum und somit der Leitwert innerhalb der Kryopumpe verringert. Da zudem Kondensate eine schlechte Wärmeleitung haben, ist die Oberflächentemperatur dicker Kondensatschichten um einige K höher als diejenige der metallischen Kaltfläche selbst, wodurch sich sukzessive ein höherer Oberflächendampfdruck ergibt. Beide Effekte führen letztlich zu einer Reduktion des Saugvermögens und zum Erreichen einer Kapazitätsgrenze.

Kälteleistung $\dot{Q}$ (W): Die Kälteleistung einer Kältequelle bei einer Temperatur T gibt an, welche externe thermische Belastung die Kältequelle auf diese Temperatur erwärmt. Bei Refrigeratoren ist man übereingekommen, für einstufige Kaltköpfe die Kälteleistung bei 80 K und für zweistufige die Kälteleistung der ersten Stufe bei 80 K und der zweiten Stufe bei 20 K bei gleichzeitiger thermischen Belastung beider Stufen anzugeben. Die thermische Belastung wird bei der Messung der Kälteleistung durch elektrische Heizungen erzeugt. Die Kälteleistung eines Kaltkopfes hat ihren höchsten Wert bei Raumtemperatur, ihren niedrigsten (Null) bei Endtemperatur.

Netto-Kälteleistung $\dot{Q}$ (W): Bei Refrigerator-Kryopumpen ist die bei den üblichen Betriebstemperaturen ($T_1 < 80$,$T_2 < 20$ K)

Gasbindende Vakuumpumpen

zur Verfügung stehende Netto-Kälteleistung maßgebend für die Saugleistung und den Crossover-Wert. Die Netto-Kälteleistung ist – abhängig von der Konfiguration der Pumpe – wesentlich geringer als die Kälteleistung des verwendeten Kaltkopfes ohne Pumpe, da bereits die Kaltflächen und deren Strahlungsbelastung eine Grundlast für die Kältemaschine darstellt.

pV-Strom siehe 1.6.1

Regenerierzeit: Als gasbindende Vakuumpumpe muß die Kryopumpe nach einer gewissen Betriebszeit regeneriert (gereinigt) werden. Unter Regenerieren versteht man das Entfernen von kondensierten und adsorbierten Gasen von den Pumpflächen durch Erwärmen. Das Regenerieren kann total (vollständig) oder nur partiell (teilweise) erfolgen und unterscheidet sich in erster Linie durch die Art und Weise des Erwärmens der Pumpflächen.

Beim **Totalregenerieren** unterscheidet man:
1. Natürliches Aufwärmen: Nach Ausschalten des Kompressors erwärmen sich die Kryoflächen zunächst durch Wärmeleitung sehr langsam und danach zusätzlich durch die freiwerdenden Gase (Wärmenbrücke über das Gas zwischen Kaltfläche und Außentemperatur, Außenwände der Pumpe werden dadurch vorübergehend kalt).

2. Spülgasmethode: Die Kryopumpe wird durch Einlaß eines warmen Spülgases aufgewärmt.

3. Elektrische Heizer: Die Kaltflächen der Kryopumpe werden durch elektrische Heizer an der ersten und zweiten Stufe erwärmt. Die freiwerdenden Gase werden entweder durch ein Überdruckventil abgeblasen (Spülgasmethode) oder durch mechanische Vorvakuumpumpen abgepumpt. Die Regenerierzeiten liegen je nach Pumpengröße bei mehreren Stunden.

Teilweises oder partielles Regenerieren: Da die Begrenzung der Standzeit einer Kryopumpe in den meisten Anwendungen durch die Kapazitätsgrenze der an der zweiten Stufe gepumpten Gase Stickstoff, Argon und Wasserstoff bestimmt wird, ist es oft ausreichend, nur diese Stufe zu regenerieren. Der Wasserdampf wird während dem partiellen Regenerieren auf dem Baffle festgehalten. Dazu muß die erste Stufe unter 140 K gehalten werden, da sonst der Wasserdampfpartialdruck zu hoch

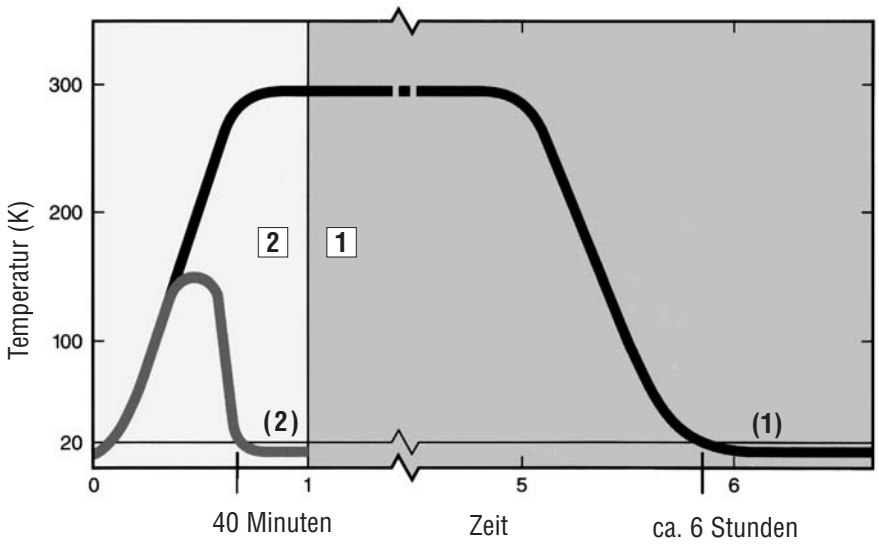


Abb. 4.12
Gegenüberstellung von totalem (1) und partiellem (2) Regenerieren

wird, so daß Wassermoleküle das Adsorbat auf der zweiten Stufe verunreinigen würden.

LEYBOLD hat 1992 als erster Kryopumpenhersteller ein Verfahren entwickelt, mit dem eine solche partielle Regenerierung möglich ist. Diese ***Fast Regeneration*** ist microprozessorgesteuert und erlaubt die partielle Regenerierung einer Kryopumpe in etwa 40 Minuten im Vergleich zu 6 Stunden bei Totalregenerierung mit der Spülgasmethode. Abb. 4.12 zeigt eine Gegenüberstellung typischer Zyklen für totales und für partielles Regenerieren. Der Zeitgewinn durch das *Fast Regeneration* System ist deutlich zu erkennen. In der Produktion hat man für typische Sputterprozesse etwa mit einer Totalregeneration nach 24 partiellen Regenerationen zu rechnen.

Saugleistung und **Maximaler pV-Strom** $\dot{Q}$(mbar ℓ/s):
Die Saugleistung einer Kryopumpe für ein bestimmtes Gas ist durch den pV-Strom des Gases G durch die Ansaugöffnung der Pumpe gegeben:

$Q_G = q_{pV,G}$ es gilt die Beziehung

$Q_G = p_G \cdot S_G$ mit

p_G = Ansaugdruck,
S_G = Saugvermögen für Gas G

Der maximal mögliche pV-Strom, bei dem die Pumpflächen im **Dauerbetrieb** auf $T \approx 20$ K erwärmt werden, hängt von der Netto-Kälteleistung der Pumpe bei dieser Temperatur und von der Gasart ab. Bei Refrigerator-Kryopumpen gilt für kondensierbare Gase als Richtwert:

$\dot{Q}_{max} = 2{,}3\ Q_2(20\ K)$ mbar $\cdot\ \ell$/s

Dabei ist $Q_2(20\ K)$ die an der 2. Stufe des Kaltkopfes bei 20 K zur Verfügung stehende Netto-Kälteleistung in Watt. Für kurzzeitige Gaslasten ist ein höherer pV-Strom zulässig (siehe Crossover-Wert).

Saugvermögen S_{th}: Für das (theoretische) Saugvermögen einer Kryopumpe gilt

$$S_{th} = A_K \cdot S_A \cdot \alpha \cdot \left(1 - \frac{p_{end}}{p}\right) \qquad (4.4)$$

A_K Größe der Kaltfläche
S_A flächenbezogenes Saugvermögen (Flächenstoßrate nach Gleichung 1.17 und 1.20, proprotional der mittleren Geschwindigkeit der Gasteilchen in Richtung Kaltfläche)
α Kondensations-(Pump-)wahrscheinlichkeit
p_{end} Enddruck (siehe oben)
p Druck im Rezipienten

Die Formel 4.4 gilt für eine in den Vakuumbehälter eingebaute Kaltfläche, die im Vergleich zur Behälteroberfläche klein ist. Bei hinreichend tiefen Temperaturen ist für alle Gase $\alpha = 1$. Sie zeigt, daß für $p >> p_{end}$ der Klammerausdruck gegen 1 geht, so daß beim Arbeiten mit hoher Übersättigung, also

$p >> p_{end} > P_s$ gilt:

Zeichen	Substanz	M Molare Masse	S_A bei 293 K Gastemp.	S_A bei 80 K Gastemp.	T_S Siedepunkt 1013 mbar	Tripelpunkt (= Schmelzpunkt) T_t	p_t
		g/mol	ℓ/s · cm²	ℓ/s · cm²	K	K	mbar
H_2	Wasserstoff	2,016	43,88	22,93	20,27	13,80	70,4
He	Helium	4,003	31,14	16,27	4,222	2,173	50,52
CH_4	Methan	4,003	15,56	8,13	111,67	90,67	116,7
H_2O	Wasser	18,015	14,68	–	373,15	273,16	6,09
Ne	Neon	20,183	13,87	7,25	27,102	24,559	433,0
CO	Kohlenmonoxid	28,000	11,77	6,15	81,67	68,09	153,7
N_2	Stickstoff	28,013	11,77	6,15	77,348	63,148	126,1
–	Luft	28,96	11,58	6,05	≈ 80,5	≈ 58,5	–
O_2	Sauerstoff	31,999	11,01	5,76	90,188	54,361	1,52
Ar	Argon	39,948	9,86	5,15	87,26	83,82	687,5
Kr	Krypton	83,80	6,81	3,56	119,4	115,94	713,9
Xe	Xenon	131,3	5,44	2,84	165,2	161,4	815,7

Tabelle 4.2 (siehe Text zu „Saugvermögen S_{th}“)

$$S_{th} = A_K \cdot S_A \qquad (4.5)$$

Mit

$$S_A = \frac{\bar{c}}{4} = \sqrt{\frac{R \cdot T_G}{2 \cdot \pi \cdot M}} = 3{,}65\sqrt{\frac{T_G}{M}}\ \ell/s \cdot cm^2$$

T_G ... Gastemperatur in K
M ... molare Masse.

In der Tabelle 4.2 ist nach Gleichung 4.5 das flächenbezogene Saugvermögen S_A in $\ell \cdot s^{-1} \cdot cm^{-2}$ für einige Gase für zwei verschiedene Gastemperaturen T_G in K angegeben. Die Tabellenwerte stellen Grenzwerte dar. In der Praxis ist nämlich die Bedingung des nahezu ungestörten Gleichgewichtes (kleine Kaltflächen gegenüber großen Behälterwänden) häufig nicht gegeben, weil zur Erzielung kurzer Pumpzeiten und eines guten Endvakuums große Kaltflächen vorhanden sein müssen. Abweichungen ergeben sich auch, wenn die Kaltfläche mit einem gekühlten Baffle umgeben ist, an dem die Geschwindigkeit der durchtretenden Gasteilchen durch Abkühlung bereits reduziert wird.

Standzeit / Betriebsdauer t_{op} (s): Die Betriebsdauer einer Kryopumpe für ein bestimmtes Gas wird festgelegt durch die Beziehung:

$$C_G = \int_0^{t_{op,\,G}} Q_G(t)\,dt \qquad \text{mit}$$

C_G = Kapazität der Kryopumpe für das Gas G
$Q_G(t)$ = Saugleistung der Kryopumpe für das Gas zum Zeitpunkt t

Sofern der zeitliche konstante Mittelwert der Saugleistung $\overline{Q_G}$ bekannt ist, ergibt sich für

$$t_{op,\,G} = \frac{C_G}{\overline{Q_G}} = \frac{C_G}{\overline{P_G} \cdot S_G} \qquad (4.6)$$

Nach Ablauf der Betriebsdauer $t_{op,\,G}$ muß die Kryopumpe bezüglich der Gasart G regeneriert werden.

Startdruck p_0: Eine Kryopumpe kann im Prinzip auch bei Atmosphärendruck im Vakuumbehälter gestartet werden. Dies ist jedoch aus mehreren Gründen unzweckmäßig. Solange die mittlere freie Weglänge der Gasteilchen kleiner ist als die Abmessungen des Rezipienten ($p > 10^{-3}$ mbar), ist die Wärmeleitung durch das Gas so groß, daß sich eine unzulässig große Wärmezufuhr zur Kaltfläche ergibt. Darüber hinaus würde sich bereits beim Start auf der Kaltfläche eine relativ dicke Kondensatschicht bilden. Die für die eigentliche Betriebsphase zur Verfügung stehende Kapazität der Kryopumpe wäre damit merklich verringert. Vor allem würde das Gas (meistens Luft) hauptsächlich auf dem Adsorbat gebunden werden, weil die Bindungsernergie dazu niedriger ist als auf den Kondensationsflächen. Damit würde die begrenzte Kapazität für Wasserstoff noch mehr verringert werden. Es empfiehlt sich, Kryopumpen für den Hoch- und Ultrahochvakuumbereich unter Einsatz einer Vorvakuumpumpe erst bei Drücken $p < 5 \cdot 10^{-2}$ mbar zu starten. Die Vorpumpe kann nach Erreichen des Startdruckes abgeschaltet werden.

5 Auswahl des Pumpverfahrens und Dimensionierung der Pumpen

5.1 Übersicht über die gebräuchlichsten Vakuumverfahren

Seit Anfang der 50er Jahre hat die Vakuumtechnik eine stürmische Entwicklung genommen. In der Forschung und in den meisten Industriezweigen ist sie heute nicht mehr wegzudenken.

Den vielen Anwendungsgebieten entsprechend ist auch die Zahl der verfahrenstechnischen Vakuumprozesse außerordentlich umfangreich. Diese können im Rahmen dieses Heftes nicht beschrieben werden, da sich die vorliegenden Berechnungsgrundlagen vor allem auf die Pumpprozesse, nicht aber auf das sich im Rezipienten abspielende Verfahren beziehen. Eine Übersicht über die wichtigsten vakuumtechnischen Verfahren und über die Druckgebiete, in denen diese Verfahren vorzugsweise durchgeführt werden, ist in den Diagrammen Abb. 5.1 und 5.2 gegeben.

Die eigentlichen Pumpprozesse all dieser Verfahren lassen sich generell in zwei Kategorien einteilen, in trockene und nasse Vakuum-Prozesse, d. h. also in Prozesse, bei denen keine nennenswerten Dampfanteile abgepumpt werden müssen, und solche, bei denen Dämpfe (meist Wasserdampf oder organische Dämpfe) anfallen. Der wesentliche Unterschied zwischen diesen beiden Arten sei kurz beschrieben:

Bei trockenen Prozessen wird meist in einem eng begrenzten Druckbereich gearbeitet. Gewöhnlich wird ein dem Verfahren angemessenes Vakuum erzeugt, bevor der eigentliche Arbeitsprozeß beginnt, der bei diesem charakteristischen Druck abläuft. Dieses geschieht beispielsweise in Aufdampf-, Elektronenschweiß- und Kristallzieh-Anlagen und in Teilchenbeschleunigern, Massenspektrometern, und Elektronenmikroskopen.

Es gibt ferner trockene Prozesse, bei denen die Entgasung im Vakuum selbst der eigentliche verfahrenstechnische Prozeß ist, wie z. B. bei Induktions- und Lichtbogenöfen, bei Stahlentgasungsanlagen und bei Anlagen zur Herstellung von Reinstmetallen und Elektronenröhren.

Bei nassen Prozessen wird meist in einem vorgeschriebenen Arbeitsgang ein weiter Druckbereich durchlaufen. Dies ist besonders wichtig bei der Trocknung fester Stoffe. Wird nämlich hierbei vorzeitig bei einem zu niedrigen Druck gearbeitet, so trocknen die obersten Schichten zu schnell aus. Dadurch wird der Wärmekontakt zur zu verdampfenden Feuchtigkeit schlechter und die Trocknungszeit wird erheblich verlängert. Zu dieser Kategorie gehören vor allem Trocknungsprozesse, die in Trocknungs-, Imprägnier- und Gefriertrocknungs-Anlagen durchgeführt werden.

Beim Wasserdampfentzug flüssiger Substanzen oder bei deren Destillation, also speziell in Entgasungskolonnen, Abfüll- und Gießharzanlagen, sowie in Molekulardestillations-Anlagen, ist außerdem die Erzeugung einer möglichst großen Flüssigkeitsoberfläche wichtig. **Bei allen nassen Prozessen ist die Zufuhr der zur Verdampfung der Feuchtigkeit notwendigen Wärme von entscheidender Bedeutung.**

Auf grundlegende Pumpverfahren wird in den folgenden Absätzen eingegangen. Bei speziellen Fragen sollte man sich an eine Fachabteilung von LEYBOLD wenden. Für jedes Fachgebiet stehen dort Spezialisten mit langjährigen Erfahrungen zur Verfügung.

Einteilung typischer Vakuumverfahren und -Anlagen nach den Druckbereichen

Grobvakuum: 1013 mbar – 1 mbar

1 Trocknung, Destillation, Stahlentgasung

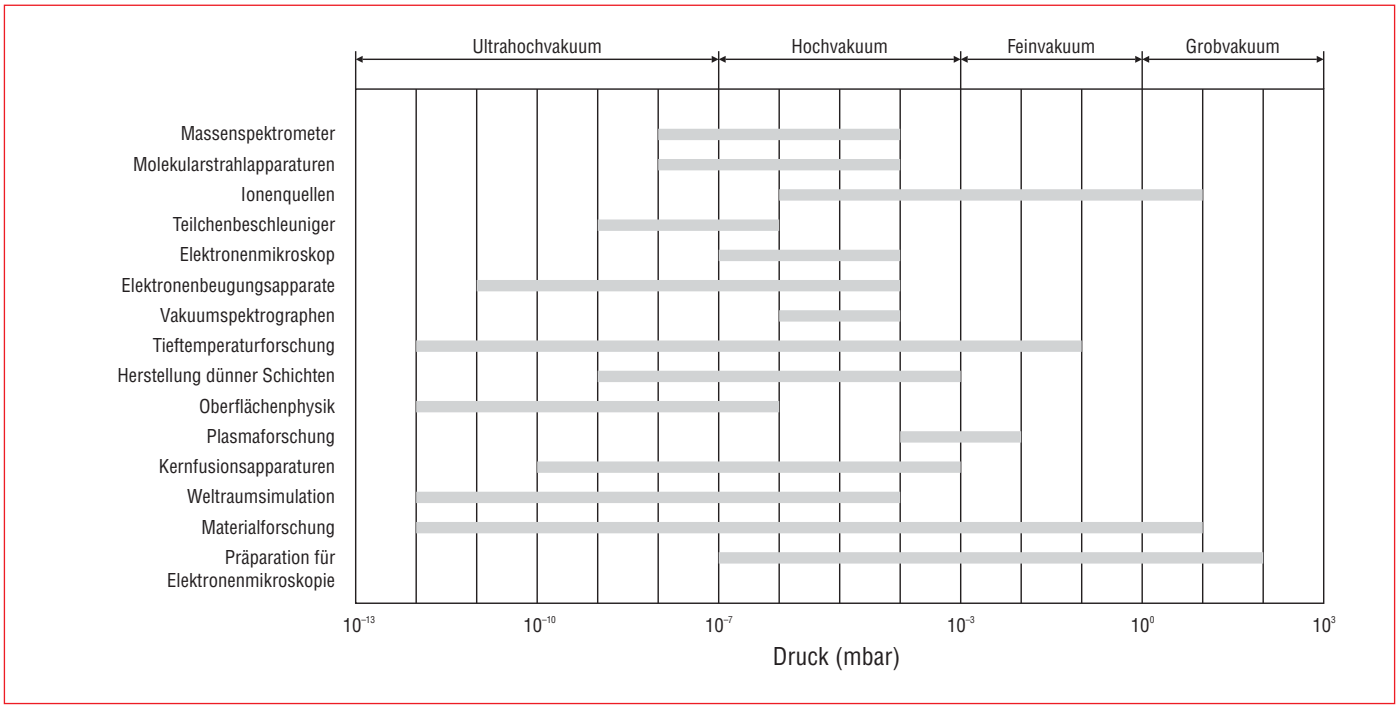


Abb. 5.1
Druckgebiete ($p < 1000$ mbar) physikalischer und chemischer Untersuchungsmethoden

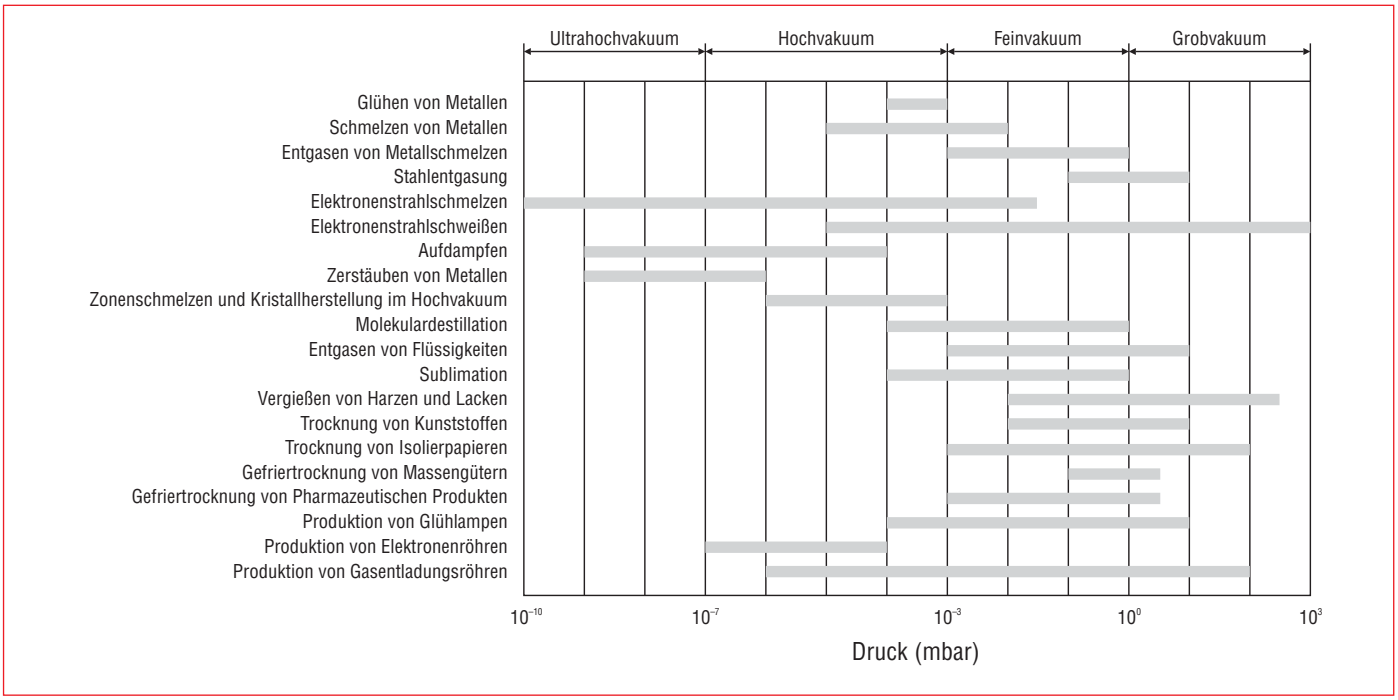


Abb. 5.2
Druckgebiete industrieller Vakuumverfahren

Feinvakuum: 1 –10^{-3} mbar

- Molekulardestillation, Getriertrocknung, Imprägnieren, Schmelz- und Gießöfen, Lichtbogenöfen

Hochvakuum: 10^{-3} – 10^{-7} mbar

- Aufdampfen, Kristallziehen, Massenspektrometer, Röhrenproduktion, Elektronenmikroskopie, Elektronenstrahlanlagen, Teilchenbeschleuniger

Ultrahochvakuum: < 10^{-7} mbar

- Kernfusion, Speicherringe bei Beschleunigern, Weltraumforschung, Oberflächenphysik

5.1.1 Abpumpen von Gasen (trockene Prozesse)

Bei trockenen Prozessen, bei denen ein nicht kondensierbares Gasgemisch (z. B. Luft) abgesaugt werden soll, wird die zu verwendende Pumpe eindeutig durch den geforderten Arbeitsdruck und die abzusaugende Gasmenge charakterisiert. Die Auswahl nach dem Arbeitsdruck wird in diesem Abschnitt erläutert

Jede der verschiedenen Pumpentypen hat einen charakteristischen Arbeitsbereich, in dem sie einen besonders hohen Wirkungsgrad besitzt. Deshalb werden im folgenden zu den einzelnen Druckbereichen die in ihnen am vorteilhaftesten zu verwendenden Pumpen genannt. Bei jedem trockenen Vakuumprozeß muß zunächst der Rezipient evakuiert werden. Die hierfür zu verwendenden Pumpentypen können dabei durchaus von denen verschieden sein, die bei einem sich unter einem bestimmten Arbeitsdruck abspielenden Prozeß optimal zu verwenden sind. Die Auswahl sollte in jedem Fall unter besonderer Berücksichtigung desjenigen Druckbereiches getroffen werden, in dem sich der Arbeitsprozeß überwiegend abspielt.

a) Grobvakuum-Bereich (1013 – 1 mbar)
Der eigentliche Arbeitsbereich der im Abschnitt 2 beschriebenen Rotationsverdrängerpumpen liegt unterhalb 80 mbar. Bei höheren Drücken haben diese Pumpen eine sehr hohe Leistungsaufnahme (siehe Abb. 2.10) und einen recht hohen Ölverbrauch (siehe Abschnitt 12.3.1.1). Sollten daher bei Drücken oberhalb 80 mbar im Dauerbetrieb Gase abgepumpt werden, so sollte man vor allem aus wirtschaftlichen Gründen bevorzugt Strahlsauger, Wasserringpumpen, andere Flüssigkeitsringvakuumpumpen oder trocken laufende Vielschieberpumpen verwenden. Dreh- und Sperrschieberpumpen sind speziell geeignet, um Vakuumbehälter von Atmosphärendruck an bis auf Drücke unterhalb 80 mbar auszupumpen, um dann im Dauerbetrieb bei niedrigen Drücken zu arbeiten. Fallen bei Ansaugdrücken unterhalb 40 mbar große Gasmengen an, so ist das Vorschalten einer Wälzkolbenpumpe zu empfehlen. Bei dem für den betreffenden Pumpprozeß erforderlichen Saugvermögen kann dann eine wesentlich kleinere Dreh- bzw. Sperrschieberpumpe verwendet werden.

b) Feinvakuum-Bereich (1 – 10^{-3} mbar)
Will man einen Vakuumbehälter lediglich auf Drücke im Feinvakuumbereich evakuieren, etwa um den für Diffusions- oder Ionen-Zerstäuberpumpen erforderlichen Vorvakuumdruck zu erzeugen, so genügen einstufige Rotationsverdrängerpumpen für Drücke bis zu 10^{-1} mbar, zweistufige für Drücke bis zu etwa 10^{-3} mbar. Wesentlich schwieriger ist es, den geeigneten Pumpentyp auszuwählen, wenn sich im Feinvakuumgebiet Prozesse abspielen, bei denen laufend Gase oder Dämpfe anfallen und abgepumpt werden müssen. In diesem Zusammenhang sei ein wichtiger Hinweis gegeben: In der Nähe des erreichbaren Enddruckes nimmt das Saugvermögen aller Rotationsverdrängerpumpen rasch ab. Als unterste Grenze des normalen Druck-Arbeitsbereiches dieser Pumpen sollte daher derjenige Druck angenommen werden, bei dem das Saugvermögen noch etwa 50 % des Nennsaugvermögens beträgt.

Zwischen 1 und 10^{-2} mbar haben beim Anfallen großer Gasmengen Wälzkolbenpumpen mit Rotationsverdrängerpumpen als Vorpumpen optimale Pumpeigenschaften (siehe Abschnitt 2.3). Dabei genügt eine einstufige Rotationsverdrängerpumpe, wenn der Haupt-Arbeitsbereich oberhalb 10^{-1} mbar liegt. Liegt er zwischen 10^{-1} und 10^{-2} mbar, so empfiehlt es sich, eine zweistufige Vorpumpe zu wählen. Unterhalb 10^{-2} mbar nimmt das Saugvermögen von einstufigen Wälzkolbenpumpen in Kombination mit zweistufigen Rotationsverdrängerpumpen als Vorpumpen ab. **Zwischen 10^{-2} und 10^{-4} mbar** haben aber zweistu-fige Wälzkolbenpumpen (oder zwei hintereinander geschaltete einstufige Wälzkolbenpumpen) mit zweistufigen Rotationsverdrängerpumpen als Vorpumpen noch ein sehr hohes Saugvermögen. Andererseits ist dieser Druckbereich das eigentliche Arbeitsgebiet von Treibmittel-Dampfstrahlpumpen. Für Arbeiten in diesem Druckbereich sind sie die wirtschaftlichsten und in der Anschaffung billigsten Vakuumpumpen, die es gibt. Als Vorpumpen sind einstufige Rotationsverdrängerpumpen geeignet. Wenn auf sehr wenig Wartung und ventillosen Betrieb Wert gelegt wird (wenn also kleine Rezipienten in kurzen Taktzeiten auf etwa 10^{-4} mbar gepumpt werden sollen oder wenn bei großen Rezipienten dieser Druck wartungsfrei über Wochen aufrechterhalten werden soll), so sind die bereits erwähnten zweistufigen Wälzkolbenpumpen mit zweistufigen Rotationsverdrängerpumpen als Vorpumpen die geeigneten Kombinationen. Eine solche Kombination arbeitet zwar nicht so wirtschaftlich wie die entsprechende Treibmittelpumpe, kann aber dafür viel länger wartungsfrei betrieben werden.

c) Hochvakuum-Bereich (10^{-3} bis 10^{-7} mbar)

Der Druckbereich unterhalb 10^{-3} mbar ist für den Einsatz von Diffusionspumpen sowie von Ionen-Zerstäuber- und Turbo-Molekularpumpen typisch. Schwankt der Arbeitsbereich während eines Prozesses, so müssen gegebenenfalls verschiedene Pumpsysteme an dem Rezipienten angebracht werden. Es gibt auch spezielle Diffusionspumpen, welche die typischen Eigenschaften einer Diffusionspumpe (niedriger Enddruck, hohes Saugvermögen im Hochvakuum-Bereich) mit den hervorstechenden Eigenschaften einer Dampfstrahlpumpe (hohe Saugleistung im Feinvakuum-Bereich, hohe Vorvakuumbeständigkeit) verbinden. Liegt der Arbeitsbereich zwischen 10^{-2} und 10^{-6} mbar, so sind derartige Diffusionspumpen besonders zu empfehlen.

d) Ultrahochvakuum-Bereich (< 10^{-7} mbar)

Zur Erzeugung von Drücken im Ultrahochvakuum-Bereich werden in Kombinationen mit entsprechenden Vorpumpen, Diffusions-, Ionenzerstäuber-, Verdampferpumpen sowie Turbo-Molekular- und Kryopumpen verwendet. Welche dieser Pumpentypen für den betreffenden Ultrahochvakuumprozeß optimal geeignet ist, hängt von den unterschiedlichen Randbedingungen ab (siehe hierzu auch Abschnitte 5.1.4 und 5.1.5).

5.1.2 Abpumpen von Gasen und Dämpfen (Nasse Prozesse)

Beim Abpumpen von Dämpfen tritt neben die oben genannten zwei Bestimmungsgrößen (Arbeitsdruck und Saugleistung der Pumpen) noch ein dritter bestimmender Faktor hinzu, nämlich der – unter Umständen im Verlaufe des Prozesses stark veränderliche – Dampfpartialdruck. Er bestimmt maßgeblich die einzusetzende Pumpenanordnung. Deshalb sind hier neben den Rotationsverdrängerpumpen die im Abschnitt 2.1.2.7 beschriebenen Kondensatoren von großer Bedeutung. Diese haben ein besonders hohes Saugvermögen beim Abpumpen von Dämpfen. Im nächsten Abschnitt wird auf das Abpumpen von Wasserdampf (häufigster Fall) eingegangen. Die Überlegungen können sinngemäß auf andere, nicht aggressive Dämpfe übertragen werden.

Abpumpen von Wasserdampf

Wasserdampf wird häufig mit Pumpen abgesaugt, die selbst mit Wasser oder Wasserdampf betrieben werden, z. B. mit Wasserringpumpen oder Wasserdampfstrahlsaugern. Dies ist oft nicht rationell, da die Wirtschaftlichkeit von Wasserdampfstrahlsaugern bei niedrigen Drücken meistens viel schlechter ist als die der Rotationspumpen. Wenn bei einem abzusaugenden Dampf-Gasgemisch der Dampfanteil hoch, der Luftanteil aber gering ist, kann der gesamte Dampf von Kondensatoren abgepumpt werden, während die anfallenden Permanentgase von relativ kleinen Gasballastpumpen abgesaugt werden (siehe Abschnitt 2.1.2.7).

Ein Vergleich sei genannt: Ein Pumpsatz, bestehend aus Wälzkolbenpumpe, Kondensator und Vorpumpe, der bei einem Ansaugdruck von 50 mbar stündlich 100 kg Dampf und 18 kg Luft fördern kann, hat einen Leistungsbedarf zwischen 4 und 10 kW (abhängig von der anfallenden Luftmenge). Ein Wasserdampfstrahlsauger gleicher Leistung hat hierfür einen mit der anfallenden Luftmenge nicht veränderlichen Bedarf von etwa 60 kW.

Zum Absaugen von Wasserdämpfen sind Gasballastpumpen und Kombinationen aus Gasballastpumpen, Wälzkolbenpumpen und Kondensatoren besonders geeignet.

Abpumpen von Wasserdampf mit Gasballastpumpen

Entscheidend für die Beurteilung des richtigen Einsatzes der Gasballastpumpen ist, wie aus den Gleichungen 2.1 und 2.2 hervorgeht, das Verhältnis des Dampfpartialdruckes p_D zum Luftpartialdruck p_L. Ist die Wasserdampfverträglichkeit der Gasballastpumpe bekannt, so kann man gemäß dieser Gleichung ein Diagramm angeben, das in eindeutiger Weise den richtigen Einsatz von Gasballastpumpen zum Absaugen von Wasserdampf angibt (siehe Abb. 5.3). Große einstufige Sperrschieberpumpen haben im allgemeinen eine Betriebstemperatur von etwa 77 °C und damit eine Wasserdampfverträglichkeit von ca. 60 mbar. Diese Größe wird für die Bestimmung der verschiedenen Einsatzgebiete in Abb. 5.3 zugrunde gelegt. Außerdem wird angenommen, daß der Druck im Auspuffstutzen der Gasballastpumpe maximal auf 1330 mbar ansteigen kann, bis das Auspuffventil öffnet.

Gebiet A: Einstufige Sperrschieberpumpen ohne Gasballasteinlaß

Bei einem Sättigungsdampfdruck p_S von 419 mbar bei 77 °C ergibt sich gemäß Gleichung 2.1 die Forderung, daß $p_D < 0{,}46\ p_L$ sein muß, mit

p_D	Wasserdampfpartialdruck
p_L	Luftpartialdruck
$p_D + p_L = p_{tot}$	Totaldruck

Diese Forderung ist gültig im gesamten Arbeitsbereich der einstufigen Sperrschieberpumpen, also bei Totaldrücken zwischen 10^{-1} und 1013 mbar.

Gebiet B: Einstufige Sperrschieberpumpen mit Gasballast und vorgeschaltetem Kondensator

In diesem Gebiet übersteigt der Dampfpartialdruck auf der Ansaugseite den zulässigen Partialdruck. Der Gasballastpumpe muß also ein Kondensator vorgeschaltet werden, der in seiner Kondensationsleistung so dimensioniert ist, daß der Wasserdampfpartialdruck am Saugstutzen der Rotationspumpe den zulässigen Wert nicht übersteigt. Die richtige Dimensionierung des Kondensators richtet sich dabei nach der anfallenden Wasserdampfmenge. Näheres hierüber siehe Abschnitt 2.1.2.7 Bei einer Wasserdampfverträglichkeit von 60 mbar ergibt sich für die untere Grenze dieses Gebiets

$$p_D > 60 + 0{,}46\ p_L \text{ mbar}$$

Gebiet C: Einstufige Sperrschieberpumpen mit Gasballast

Die untere Grenze von Gebiet C ist durch die Untergrenze des Arbeitsbereiches der Pumpe (p_{tot} = 1 mbar) gekennzeichnet. Wenn in diesem Gebiet große Dampfmengen anfallen, ist es oft wirtschaftlicher, einen Kondensator vorzuschalten: 20 kg Dampf haben bei 28 mbar ein Volumen von rund 1000 m³. Dieses Volumen mit einer Rotationspumpe abpumpen zu wollen, ist nicht sinnvoll. Als Faustregel kann gelten:

Ein Kondensator sollte immer vorgeschaltet werden, wenn längere Zeit gesättigter Wasserdampf anfällt.

Allerdings sollte bei niedrigen Ansaugdrücken zusätzlich eine Wälzkolbenpumpe vor den Kondensator geschaltet werden, wodurch die Kondensationsleistung wesentlich erhöht wird. Die Kondensationsleistung hängt nicht nur vom Dampfdruck ab, sondern auch von der Kühlmitteltemperatur. Daher kann bei niedrigen Dampfdrücken nur dann eine wirksame Kondensation erreicht werden, wenn die Kühlmitteltemperatur entsprechend niedrig gehalten wird. Bei Dampfdrücken unterhalb 6,5 mbar ist der Einsatz eines Kondensators beispielsweise nur dann sinnvoll, wenn die Kühlmitteltemperatur niedriger ist als 0 °C. Oft wird bei niedrigen Drücken ein Gas-Dampf-Gemisch mit ungesättigtem Wasserdampf abgepumpt (siehe hierzu auch Abschnitt 2.1.2.7). Dann kann der Kondensator im allgemeinen entfallen.

Gebiet D: Zweistufige Gasballastpumpen, Wälzkolbenpumpen, Dampfstrahlpumpen, je nachdem bei welchem Totaldruck sich der Prozeß abspielt

Es muß hierbei nochmals darauf hingewiesen werden, daß die Wasserdampfverträglichkeit zweistufiger Gasballastpumpen häufig niedriger ist als die entsprechender einstufiger Pumpen.

Abpumpen von Wasserdampf mit Wälzkolbenpumpen

Wälzkolbenpumpen sind normalerweise im Dauerbetrieb bei Drücken über 40 mbar nicht so wirtschaftlich wie Gasballastpumpen. Bei sehr großen Pumpsätzen, die mit ganz speziellen Abstufungsverhältnissen arbeiten und mit Umwegleitungen ausgerüstet sind, ist die spezifische Energieaufnahme allerdings günstiger. Werden Wälzkolbenpumpen zum Absaugen von Dämpfen eingesetzt, so kann man ähnlich wie bei Gasballastpumpen ein Diagramm angeben, das alle möglichen Fälle enthält (siehe Abb. 5.4).

Gebiet A: Wälzkolbenpumpe mit einstufiger Sperrschieberpumpe ohne Gasballast

Da lediglich eine Kompression zwischen Wälzkolbenpumpe und Sperrschieberpumpe erfolgt, gilt auch hier die Bedingung:

$$p_D < 0{,}46\ p_L$$

Die Forderung ist gültig im gesamten Arbeitsbereich der Pumpenkombination, also bei Totaldrücken zwischen 10^{-2} und 40 mbar (bzw. 1013 mbar bei Wälzkolbenpumpen mit Umwegleitung).

Gebiet B: Hauptkondensator – Wälzkolbenpumpe mit Umwegleitung – Zwischenkondensator – Gasballastpumpe

Diese Kombination ist nur wirtschaftlich, wenn große Wasserdampfmengen im Dauerbetrieb bei Ansaugdrücken oberhalb von etwa 40 mbar abzupumpen sind. Der Hauptkondensator ist nach den anfallenden Dampfmengen dimensioniert. Der Zwischenkondensator muß den Dampfpartialdruck unter 60 mbar senken. Deshalb darf die Gasballastpumpe nur so groß sein, daß der Luftpartialdruck hinter dem Zwischenkondensator einen bestimmten Wert nicht unterschreitet. Ist z. B. der Totaldruck hinter der Wälzkolbenpumpe (der ja gleich dem Totaldruck hinter dem Zwischenkondensator ist) 133 mbar, so muß die Gasballastpumpe die von der Wälzpumpe geförderte Luftmenge wenigstens bei einem Luftpartialdruck von 73 mbar absaugen, da sie sonst mehr Wasserdampf absaugen müßte, als sie vertragen kann. Dies ist eine fundamentale Voraus-

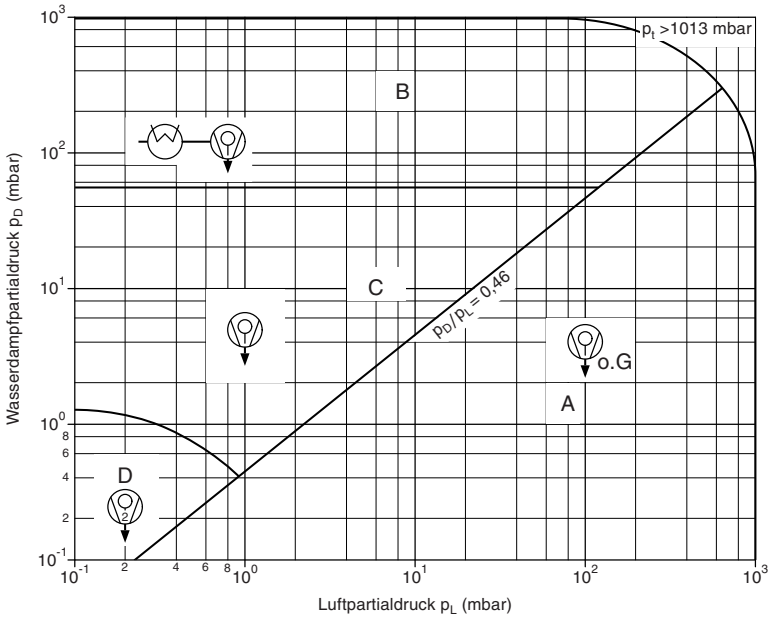


Abb. 5.3
Einsatzgebiete von Gasballastpumpen und Kondensatoren beim Absaugen von Wasserdampf (o.G. = ohne Gasballast)

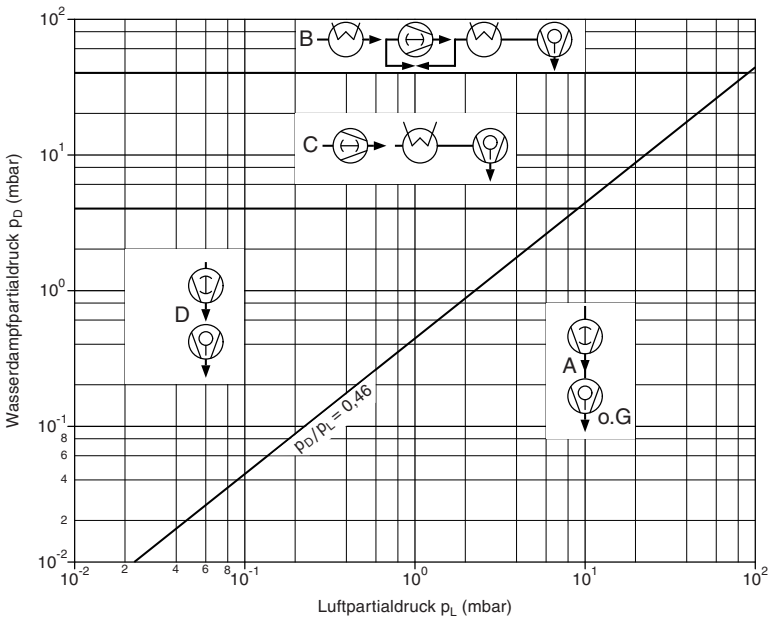


Abb. 5.4
Einsatzgebiete von Wälzkolbenpumpen mit Gasballastpumpen und Kondensatoren beim Abpumpen von Wasserdampf (o.G. = ohne Gasballast)

setzung: **Der Einsatz von Gasballastpumpen ist nur dann sinnvoll, wenn auch Luft abzupumpen ist!**
Bei einem ideal dichten Behälter müßte die Gasballastpumpe nach Erreichen des geforderten Betriebsdruckes abgeschaltet und nur mit dem Kondensator weitergepumpt werden. Wie Kondensator und Pumpe zweckmäßig dimensioniert werden, darüber gibt Abschnitt 2.1.2.7 Auskunft.

Gebiet C: Wälzkolbenpumpe – Zwischenkondensator – Gasballastpumpe
Die untere Grenze des Wasserdampfpartialdruckes wird durch das Kompressionsverhältnis der Wälzkolbenpumpe beim Vorvakuumdruck bestimmt, der seinerseits durch den Sättigungsdampfdruck des kondensierten Wassers im Kondensator bestimmt wird. Auch in diesem Gebiet muß der Zwischenkondensator so dimensioniert werden, daß er den Dampfpartialdruck wenigstens auf 60 mbar senkt. Die angegebene Schaltung eignet sich, bei Kühlung des Kondensators mit Wasser von 15 °C, für Wasserdampfdrücke zwischen etwa 4 und 40 mbar.

Gebiet D: Wälzkolbenpumpe – Gasballastpumpe
Auch im Gebiet D hängen die Grenzen des Wasserdampfpartialdruckes wesentlich von den Abstufungs- und Größenverhältnissen der Pumpen ab. Im allgemeinen aber kann man diese Kombination zwischen den aufgeführten Grenzen, also zwischen 10^{-2} und 4 mbar, immer verwenden.

5.1.3 Trocknungsprozesse

Oft bewegt sich ein Vakuumprozeß durch mehrere der hier angeführten Gebiete hindurch. Bei der chargenweisen Trocknung kann der Prozeß beispielsweise (siehe Abb. 5.4) im Gebiet A beginnen (Evakuierung des leeren Kessels) und sich dann schrittweise durch B, C und D bewegen. Dann wäre der Prozeßablauf wie folgt:

A. Evakuieren des Kessels durch Gasballastpumpe und Wälzkolbenpumpe mit Umwegleitung.

B. Zuschalten der beiden Kondensatoren wegen des steigenden Dampfdruckes durch Beheizen des Trocknungsgutes.
Für die Auswahl des Pumpsatzes sind der höchste auftretende Dampfpartialdruck und der kleinste Luftpartialdruck auf der Saugseite maßgebend.

C. Überbrücken des Hauptkondensators
Er kann jetzt nichts mehr nützen, sondern würde nur bei weiter sinkendem Dampfdruck von dem Pumpsatz wieder leergepumpt werden.

D. Überbrücken des Zwischenkondensators
Wälzkolbenpumpe und Gasballastpumpe können nun allein weiterpumpen. Bei Kurzzeit-Trocknungen ist die Abtrennung des mit kondensiertem Wasser gefüllten Kondensators besonders wichtig, da die Gasballastpumpe ständig den zuvor bereits kondensierten Wasserdampf beim Sättigungsdampfdruck des Wassers aus dem Kondensator abpumpen würde.
Bei länger dauernden Trocknungsprozessen genügt es, die Kondensatsammelvorlage im Kondensator abzusperren. So kann lediglich noch der an den Kühlrohren verbliebene Kondensatfilm wiederverdampfen. Je nach Größe der Gasballastpumpe erfolgt diese Wiederverdampfung in 30 bis 60 min.

E. Soll der Trockenprozeß bei noch niedrigeren Drücken enden,
so empfiehlt sich, bei Unterschreitung eines Druckes von 10^{-2} mbar eine bis dahin überbrückte Öl-Dampfstrahlpumpe zuzuschalten.

Trocknung fester Substanzen
Wie schon angedeutet wurde, bringt die Trocknung fester Substanzen eine Reihe weiterer Probleme mit sich. Es genügt nicht mehr, daß man einen Kessel einfach leerpumpt und dann wartet, bis der Wasserdampf aus dem festen Gut herausdiffundiert ist. Dieser Weg ist technisch zwar möglich, aber er würde die Chargenzeit einer Trocknung unerträglich verlängern.

Die Trocknungszeit so kurz wie möglich zu halten, ist verfahrenstechnisch nicht ganz einfach. Nicht nur der Wassergehalt der zu trocknenden Substanz ist hierbei wichtig, sondern auch ihre Schichtdicke. Hier kann nur das Prinzipielle gesagt werden. Bei speziellen Fragen bitten wir, die Beratungsabteilung unseres Werkes in Köln zu konsultieren.

Den Verlauf des prozentualen Feuchtigkeitsgehalts E eines Trockengutes, dessen Diffusionskoeffizient von der Feuchtigkeit abhängt (z. B. bei Kunststoffen), als Funktion der Trockenzeit t gibt in guter Näherung folgende Gleichung wieder:

$$E = \frac{E_0}{(1 + K \cdot t)^q} \% \qquad (5.1)$$

E_0 Feuchtigkeitsgehalt vor der Trocknung

q Von der Temperatur abhängiger Koeffizient. Die Gleichung (5.1) gilt daher nur für die Temperatur, bei der q bestimmt wurde.

K Faktor, der von der Temperatur, dem Wasserdampfpartialdruck in der Umgebung des Trocknungsgutes, von den Abmessungen und den Stoffeigenschaften abhängt.

Mit Hilfe dieser Näherungsgleichung läßt sich das Trocknungsverhalten vieler Produkte beurteilen. Hat man K und q für verschiedene Temperaturen und Wasserdampfpartialdrücke bestimmt, so lassen sich Werte für andere Temperaturen leicht interpolieren, so daß man den Trocknungsverlauf unter allen Betriebsbedingungen vorausberechnen kann. Mit Hilfe einer Ähnlichkeitstransformation kann man ferner vom Trocknungsverlauf eines Produktes mit bekannten Abmessungen auf den eines Produktes mit abweichenden Abmessungen schließen.

Grundsätzlich sind bei der Trocknung eines Stoffes einige Faustregeln zu beachten:

Die Erfahrung hat gezeigt, daß man kürzere Trocknungszeiten erreicht, wenn der Wasserdampfpartialdruck an der Produktoberfläche relativ hoch ist, wenn also die Oberfläche des zu trocknenden Gutes noch nicht völlig frei von Feuchtigkeit ist. Dies hängt damit zusammen, daß die Wärmeleitung zwischen Wärmequelle und Produkt bei höheren Drücken besser ist und daß der Diffusionswiderstand in einer feuchten Oberflächenschicht geringer ist als in einer trockenen. Um die Bedingung „feuchte Oberfläche“ zu erfüllen, steuert man den Druck in der Trockenkammer. Gelingt es nicht, den notwendigen, relativ hohen Wasserdampfpartialdruck ständig aufrechtzuerhalten, so schaltet man kurzzeitig den Kondensator ab. Der Druck in der Kammer steigt dann an und die Produktoberfläche befeuchtet sich wieder. Eine Möglichkeit, den Wasserdampfpartialdruck im Kessel kontrolliert zu erniedrigen, ist die Regelung der Kühlmitteltemperatur im Kondensator. Dadurch nimmt die Kondensattemperatur vorgegebene Werte an, wodurch der Wasserdampfpartialdruck kontrolliert wird.

5.1.4 Erzeugung ölfreier (kohlenwasserstoffreier) Vakua

vergleiche Abschnitt 1.10

Rückströmende Treibmitteldämpfe, Dämpfe des Öls und der Schmiermittel von Rotationspumpen, sowie Crackprodukte derartiger Dämpfe können verschiedene Arbeitsprozesse im Vakuum erheblich stören. Es empfiehlt sich daher, für bestimmte Anwendungen Pumpen und Einrichtungen zu verwenden, welche die Anwesenheit kohlenwasserstoffhaltiger Dämpfe mit Sicherheit ausschließen.

a) Grobvakuum-Bereich (1013 bis 1 mbar)

Anstelle von ölgedichteten oder allgemeiner: flüssigkeitsgedichteten Rotationsverdrängerpumpen stehen heute eine Vielzahl trockenverdichtender (spaltgedichteter) Pumpen zur Verfügung, z. B. Membranpumpen, Klauenpumpen, Schraubenvakuumpumpen und Scrollpumpen. Für industrielle Anwendungen werden je nach Anwendungsfall vor allem Schraubenvakuumpumpen, Hubkolbenpumpen oder Klauenpumpen eingesetzt. Wenn auf den Einsatz von Drehschieberpumpen nicht verzichtet werden kann, können aus dem Saugstutzen rückdiffundierende Öldämpfe durch eine Adsorptionsfalle (Abschnitt 2.1.2.8) oder durch Einlassen von Sperrgas (vgl. Abschnitt 1.10) zurückgehalten werden.

b) Feinvakuum-Bereich (1 bis 10^{-3} mbar)

Auch in diesem Bereich werden vorteilhafter Weise Schraubenvakuumpumpen oder Hubkolbenpumpen eingesetzt. Bei Anfall von größeren Gasmengen bei tiefem Druck werden sie mit Rootspumpen kombiniert.

Absolut ölfreie Vakua lassen sich im Feinvakuumgebiet mit Adsorptionspumpen herstellen. Sie haben aber heute praktisch nur noch historische Bedeutung. Da die Pumpwirkung dieser Pumpen für leichte Edelgase nur gering ist, können zuvor mit Luft gefüllte Rezipienten durch sie nur auf etwa 10^{-2} mbar evakuiert werden. Drücke von 10^{-3} mbar oder noch niedrigere Drücke können nur dann mit Adsorptionspumpen erzeugt werden, wenn weder Neon noch Helium im abzupumpenden Gasgemisch vorhanden sind. In einem solchen Fall kann es zweckmäßig sein, die Luft im Rezipienten vor dem Pumpprozeß durch Stickstoff zu verdrängen und diesen dann abzupumpen.

c) Hoch und Ultrahochvakuum-Bereich (< 10^{-3} mbar)

Sofern in diesen Druckbereichen laufend Gase anfallen und abgepumpt werden müssen, sollte man Turbo-Molekularpumpen oder Kryopumpen verwenden. Sollen in abgeschlossenen Systemen, bei denen durch die sich darin abspielenden Prozesse keine größeren Gasmengen frei werden, über längere Zeit hinweg möglichst niedrige Drücke aufrechterhalten werden, so sind hierzu Ionen-Zerstäuberpumpen besonderes geeignet. Insbesondere magnetgelagerte Turbo-Molekularpumpen garantieren völlig kohlenwasserstoffreie Vakua. Beim Stillstand dieser Pumpen und Verwendung ölgedichteter Vorvakuumpumpen können jedoch Öldämpfe von der Vorvakuumseite durch die Pumpe hindurch in den Rezipienten gelangen. Durch geeignete Maßnahmen (z. B. Fluten des Rezipienten mit Argon) kann eine Verschmutzung der Behälterwände während des Stillstandes der Pumpe verhindert werden. Liegt beim Einsatz von Turbo-Molekularpumpen das Hauptgewicht auf „kohlenwasserstoffreiem Vakuum“, dann sollten Hybrid-Turbo-Molekularpumpen mit Membranpumpen oder klassische Turbo-Molekularpumpen mit spaltgedichteten, also ölfreien Vorvakuumpumpen eingesetzt werden.

5.1.5 Ultrahochvakuum: Arbeitstechnik

Die Grenze zwischen dem Hochvakuum- und Ultrahochvakuumbereich läßt sich hinsichtlich der Arbeitstechnik nicht exakt festlegen. Praktisch kommt eine Abgrenzung der beiden Gebiete nur zustande, weil sich Drücke im Hochvakuum-Bereich noch mit den in der Vakuumtechnik allgemein verwendeten Pumpen, Ventilen, Dichtungen und sonstigen Bauteilen beherrschen lassen während zum Erreichen von Drücken im Ultrahochvakuum-Bereich generell eine andere Technik und damit auch anders konstruierte Bauteile erforderlich sind. Die „Grenze“ liegt bei einigen 10^{-8} mbar. Deshalb sollten Drücke unter 10^{-7} mbar generell zum Ultrahochvakuum-Bereich gehören.

Die Gasdichte (Teilchenanzahldichte) ist im Ultrahochvakuum sehr gering und wird durch Gasabgabe der Behälterwände und durch geringste Undichtheiten an Verbindungsstellen bereits erheblich beeinflußt. Im Zusammenhang mit einer Reihe wichtiger technischer Anwendungen, aber auch zur Charakterisierung des Ultrahochvakuum-Bereiches allgemein, ist die sogenannte „Wiederbedeckungszeit" (siehe auch Gleichung 1.21) wichtig. Darunter wird die Zeit τ verstanden, die verstreicht, bis sich auf einer im Vakuum befindlichen, ideal gereinigten Fläche, die von Gasteilchen getroffen wird, eine monomolekulare oder monoatomare Schicht ausgebildet hat. Unter der Voraussetzung, daß jedes die Fläche treffende Gasteilchen einen freien Platz findet und darauf haften bleibt, gilt als Faustformel für τ:

$$\tau = \frac{3{,}2}{p} \cdot 10^{-6}\,\text{s} \quad (p \text{ in mbar}) \qquad (5.2)$$

Im Ultrahochvakuum ($p < 10^{-7}$ mbar) ist daher die Wiederbedeckungszeit von der Größenordnung Minuten bis Stunden oder noch länger und damit von der gleichen Größenordnung, die auch für vakuumtechnische Versuche und Verfahren benötigt wird. Die sich daraus ergebenden praktischen Forderungen sind z. B. für das Gebiet der Festkörperphysik, für das Studium dünner Schichten oder für die Elektronenröhrentechnik überaus bedeutsam geworden. Ultrahochvakuum-Apparaturen oder Anlagen unterscheiden sich von Hochvakuumapparaturen dadurch, daß

a) sie extrem gasdicht sind (Verwendung von Metalldichtungen),

b) die Gasabgabe der inneren Oberflächen des Vakuumbehälters und der daran angeschlossenen Bauteile (z. B. Verbindungsleitungen, Ventile, Dichtungen) extrem niedrig gemacht werden kann,

c) ölfreie Pumpsysteme eingesetzt werden oder zumindest geeignete Mittel (Kühlfallen, Dampfsperren) vorgesehen sind, die verhindern, daß Gase oder Dämpfe oder deren Reaktionsprodukte von den zur Evakuierung verwendeten Pumpen in den Vakuumbehälter gelangen (keine „Rückströmung").

Um diese Bedingungen erfüllen zu können, müssen die für UHV-Apparaturen verwendeten Einzelbauteile ausheizbar und auf extreme Dichtheit geprüft sein. Als Baumaterial werden Edelstähle bevorzugt.

Aber auch Zusammenbau, Inbetriebnahme und Betrieb einer UHV-Apparatur erfordern besondere Sorgfalt, Sauberkeit und vor allem Zeit. Der Zusammenbau muß sachgemäß erfolgen, d. h. die einzelnen Bauteile dürfen nicht im geringsten beschädigt werden (z. B. durch Kratzer an feinstgearbeiteten Dichtungsflächen). Grundsätzlich ist zu sagen, daß jede neu zusammengesetzte UHV-Apparatur vor der Inbetriebnahme mit einem Helium-Leckdetektor auf Dichtheit geprüft werden muß. Dabei sind besonders lösbare Verbindungen (Flansche), Glasverschmelzstellen und geschweißte oder hart gelötete Verbindungsstellen zu untersuchen. Nach der Dichtheitsprüfung muß die UHV Apparatur ausgeheizt werden. Dies ist sowohl bei Glas- als auch bei Metallapparaturen erforderlich. Das Ausheizen erstreckt sich durchweg nicht nur auf den Vakuumbehälter, sondern vielfach auch auf daran angeschlossene Teile, insbesondere auf Meßröhren. Die einzelnen Schritte des bei größeren Anlagen viele Stunden dauernden Ausheizprozesses und die Höhe der Ausheiztemperatur richten sich nach der Art der Anlage und nach dem geforderten Enddruck. Ist der Enddruck nach dem Abkühlen der Apparatur und nach Ausführung aller sonst noch erforderlichen Maßnahmen (z. B. Inbetriebsetzen von Kühlfallen oder Dampfsperren) offensichtlich nicht erreicht worden, dann empfiehlt sich eine nochmalige Dichtheitsprüfung mit dem He-Lecksucher. Nähere Einzelheiten über die in UHV-Anlagen zu verwendenden Bauteile, Dichtungen und Meßgeräte sowie eingehende Hinweise für den Betrieb sind in den Abschnitten 6 und 7 sowie in den Teilen C15 und C16 des LEYBOLD VAKUUM Kataloges beschrieben.

5.2 Dimensionierung der Vakuumanlage und Bestimmung der Pumpengröße

Grundsätzlich treten bei der Dimensionierung einer Vakuumanlage zwei voneinander unabhängige Fragen auf:

1. Wie groß muß das wirksame (effektive) Saugvermögen der Pumpenanordnung sein, damit der Druck in einem vorgegebenen Rezipienten in einer bestimmten Zeit auf den gewünschten Wert erniedrigt werden kann?
2. Wie groß muß das wirksame Saugvermögen der Pumpenanordnung sein, damit die während eines Vakuumprozesses im Rezipienten freiwerdenden Gase und Dämpfe so schnell abgepumpt werden können und ein vorgegebener Druck (der Arbeitsdruck) im Rezipienten nicht überschritten wird?

Bei bestimmten Prozessen (z. B. bei Trocknungs- und Ausheizprozessen) entstehen während des Auspumpvorganges zusätzliche, zu Beginn des Auspumpvorganges noch nicht im Rezipienten vorhandene Dampfanteile, so daß hier eine dritte Frage auftritt:

3. Wie groß muß das wirksame Saugvermögen der Pumpenanordnung sein, damit der betreffende Prozeß innerhalb einer bestimmten Zeit beendet werden kann?

Unter dem **effektiven Saugvermögen** einer Pumpenanordnung wird das **am Rezipienten tatsächlich wirksame Saugvermögen** der gesamten Pumpenanordnung verstanden. Das Saugvermögen der Pumpe selbst kann dann aus dem effektiven Saugvermögen bestimmt werden, wenn die Strömungswiderstände (Leitwerte) der zwischen Pumpe und Rezipient angebrachten Dampfsperren, Kühlfallen, Filter, Ventile und Leitungen bekannt sind (siehe Abschnitt 1.8). Bei der Bestimmung des erforderlichen Saugvermögens wird ferner von der Voraussetzung ausgegangen, daß die Vakuumanlage dicht ist. Die Leckrate muß so niedrig sein, daß von außen einströmende Gase sofort von der angeschlossenen Pumpenanordnung abgepumpt werden, den Druck im Rezipienten also nicht verändern. Näheres zur Dichtheitsprüfung in Abschnitt 9. Die oben unter 1., 2. und 3. aufgeführten Fragen sind charakteristisch für die drei wesentlichsten Aufgaben der Vakuumtechnik, nämlich:

1. Evakuieren des Rezipienten bis zum Erreichen eines bestimmten, vorgegebenen Druckes.
2. Abpumpen ständig anfallender Gas- und Dampfmengen bei einem bestimmten Druck.
3. Abpumpen der während eines Prozesses durch Veränderung der Temperatur- und Druckverhältnisse entstehenden Gase und Dämpfe.

Das erste Evakuieren des Rezipienten wird im Fein-, Hoch- und Ultrahochvakuum-Bereich vom Abpumpen der ständig anfallenden Gasmengen beeinflußt, weil sich in diesen Bereichen die von den Wänden des Rezipienten desorbierenden Gas- und Dampfanteile so stark bemerkbar machen, daß sie oft allein für die Dimensionierung der Vakuumanlage bestimmend sind.

5.2.1 Evakuieren eines Vakuumbehälters (ohne zusätzlichen Gas- oder Dampfanfall)

Wegen der oben geschilderten Verhältnisse muß bei der Abschätzung der Auspumpzeit grundsätzlich zwischen dem Evakuieren eines Vakuumbehälters im Grobvakuumbereich und dem Evakuieren im Fein- und Hochvakuumbereich unterschieden werden.

5.2.1.1 Evakuieren eines Behälters im Grobvakuumbereich

Hier ist das erforderliche effektive Saugvermögen S_{eff}, einer Vakuumpumpenanordnung nur abhängig vom gewünschten Druck p, vom Volumen V des Rezipienten und von der Auspumpzeit t.

Bei konstantem Saugvermögen S_{eff} und unter der Voraussetzung, daß der mit der Pumpenanordnung erreichbare Enddruck $p_{end} << p$ ist, ist die zeitliche Abnahme des Druckes p (t) in einem Rezipienten gegeben durch die Beziehung:

$$-\frac{dp}{dt} = \frac{S_{eff}}{V} \cdot p \qquad (5.3)$$

Ausgehend von 1013 mbar zum Zeitpunkt t = 0 berechnet sich das effektive Saugvermögen in Abhängigkeit von der Auspumpzeit t aus Gleichung (5.3) wie folgt:

$$\int_{1013}^{p} \frac{dp}{p} = -\frac{S_{eff}}{V} \cdot t \qquad (5.3a)$$

$$\ell n \frac{p}{1013} = -\frac{S_{eff}}{V} \cdot t \qquad (5.3b)$$

$$S_{eff} = \frac{V}{t} \cdot \ell n \frac{1013}{p} = \frac{V}{t} \cdot 2{,}3 \cdot \log \frac{1013}{p} \qquad (5.4)$$

Führen wir den dimensionslosen Faktor

$$\sigma = \ell n \frac{1013}{p} = 2{,}3 \cdot \log \frac{1013}{p} \qquad (5.4a)$$

in die Gleichung (5.4) ein, so ist der Zusammenhang zwischen dem effektiven Saugvermögen S_{eff} und der Auspumpzeit t durch die Beziehung gegeben:

$$S_{eff} = \frac{V}{t} \cdot \sigma \qquad (5.5)$$

Das Verhältnis V/S_{eff} wird im allgemeinen als Zeitkonstante τ bezeichnet. Demnach ist die Auspumpzeit eines Vakuumbehälters von Atmosphärendruck bis zu einem Druck p gegeben durch:

$$t = \tau \cdot \sigma \qquad (5.6)$$

$$\text{mit} \quad \tau = \frac{V}{S_{eff}}$$

$$\text{und} \quad \sigma = \ell n \frac{1013}{p}$$

Die Abhängigkeit des Faktors vom geforderten Druck gibt die Abb. 5.5 wieder. Dabei muß berücksichtigt werden, daß das Saugvermögen einstufiger Dreh- und Sperrschieberpumpen unterhalb 10 mbar bei Gasballastbetrieb und unterhalb 1 mbar bei Betrieb ohne Gasballast abnimmt. Dieses grundsätzliche Verhalten ist für Pumpen verschiedener Größen und Typen unterschiedlich, darf aber zur Bestimmung der Pumpengröße in Abhängigkeit von der Auspumpzeit nicht außer acht gelassen werden. Es muß außerdem ausdrücklich darauf hingewiesen werden, daß die Gleichungen (5.3 bis 5.6) sowie die Abb. 5.5 nur dann gültig sind, wenn der mit der verwendeten Pumpe erreichte Enddruck mindestens eine Zehnerpotenz niedriger ist als der gewünschte Arbeitsdruck.

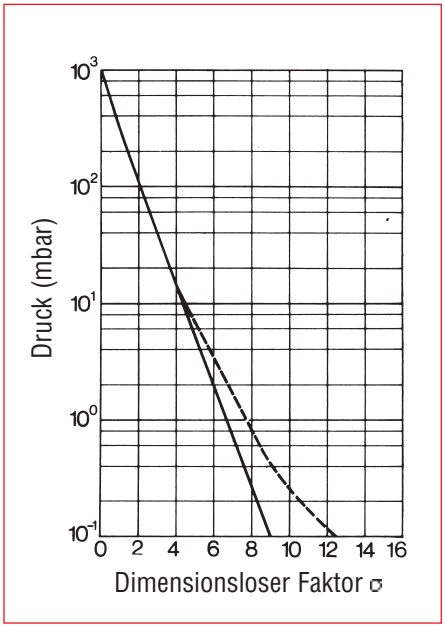


Abb. 5.5
Abhängigkeit des dimensionslosen Faktors σ zur Berechnung der Auspumpzeit t gemäß Gleichung 5.6. Die gestrichelte Linie gilt für einstufige Pumpen, deren Saugvermögen unter 10 mbar geringer wird

Beispiel: Ein Rezipient mit 500 ℓ Inhalt soll in 10 min. auf 1 mbar leergepumpt werden. Welches effektive Saugvermögen wird benötigt?

500 ℓ = 0,5 m³; 10 min = 1/6 h

Nach Gleichung (5.4):

$$S_{eff} = \frac{0{,}5}{1/6} \cdot 2{,}3 \cdot \log \frac{1013}{1}$$
$$= 3 \cdot 2{,}3 \cdot 3{,}01 = 20{,}8\ m^3/h$$

Für das oben aufgeführte Beispiel liest man in Abb. 5.5 auf der Geraden für den Wert 7 ab, auf der gestrichelten Linie hingegen 8. Das ergibt nach Gleichung (5.5):

$$S_{eff} = \frac{0{,}5}{\frac{1}{6}} \cdot 7 = 21\ m^3/h \quad \text{bzw.}$$

$$S_{eff} = \frac{0{,}5}{\frac{1}{6}} \cdot 8 = 24\ m^3/h$$

unter Berücksichtigung der Abnahme des Saugvermögens unterhalb 10 mbar. Das erforderliche effektive Saugvermögen ist also etwa 24 m³/h.

5.2.1.2 Evakuieren eines Behälters im Feinvakuum-Bereich

Während im Grobvakuum-Bereich das Volumen des Vakuumbehälters ausschlaggebend für den zeitlichen Ablauf des Auspumpprozesses ist, spielt im Hoch- und Ultrahochvakuum-Bereich die Gasabgabe von den Wänden die maßgebliche Rolle. Im Feinvakuum-Bereich wird der Auspumpprozeß von beiden Größen beeinflußt. Außerdem ist im Feinvakuum-Bereich der speziell mit Rotations-Vakuumpumpen erreichbare Enddruck p_{end}, nicht mehr ohne weiteres vernachlässigbar. Ist die in den Vakuumbehälter einströmende bzw. von den Wänden desorbierende Leck- bzw. Gasabgaberate Q (in mbar·ℓ/s) bekannt, so geht die Differen-

tialgleichung (5.3) des Auspumpvorganges über in

$$\frac{dp}{dt} = -\frac{S_{eff}\,(p - p_{end}) - Q}{V} \qquad (5.7)$$

Die Integration dieser Gleichung führt zu

$$t = \frac{V}{S_{eff}}\,\ell n\,\frac{\left(p_o - p_{end}\right) - Q/S_{eff}}{\left(p - p_{end}\right) - Q/S_{eff}} \qquad (5.8)$$

p_0 Druck zu Beginn des Pumpprozesses
p Gewünschter Druck

Im Gegensatz zu Gleichung 5.3b läßt sich diese Gleichung nicht in geschlossener Form nach S_{eff} auflösen, so daß sich das effektive Saugvermögen bei bekannter Gasabgabe aus dem Zeit-Druck-Diagramm nicht ohne weiteres bestimmen läßt.

In der Praxis wählt man deshalb folgenden Weg, um eine Pumpe mit genügend hohem Saugvermögen zu finden:

a) Man berechnet nach Formel 5.4 das Saugvermögen, das sich aus dem Volumen des Vakuumbehälters ohne Gasabgabe und der gewünschten Auspumpzeit ergibt.

b) Man bildet den Quotienten aus der Gasabgaberate und diesem Saugvermögen. Dieser Quotient muß kleiner sein als der geforderte Druck, am sichersten um eine Zehnerpotenz niedriger. Ist diese Bedingung nicht erfüllt, so muß eine Pumpe mit entsprechend höherem Saugvermögen gewählt werden.

5.2.1.3 Evakuieren eines Behälters im Hochvakuumbereich

Ungleich schwieriger ist es, für den Hochvakuumbereich allgemeingültige Gleichungen anzugeben. Da die Pumpzeit, die gebraucht wird, um einen bestimmten Hochvakuumdruck zu erreichen, wesentlich von der Gasabgabe der inneren Oberflächen des Behälters abhängt, ist deren Beschaffenheit und Vorbehandlung vakuumtechnisch von entscheidender Bedeutung. Auf keinen Fall darf der verwendete Werkstoff poröse Stellen aufweisen oder – insbesondere mit Rücksicht auf das Ausheizen – Lunker haben. Die inneren Oberflächen müssen möglichst glatt (wahre Oberfläche = geometrische Oberfläche) und gut gesäubert (entfettet!) sein. Entsprechend der Materialauswahl und der Oberflächenbeschaffenheit ist die Gasabgabe sehr unterschiedlich. Nützliche Richtwerte sind in Tabelle 10 (Abschnitt 13) zusammengestellt.

Genauer kann man die Gasabgabe nur von Fall zu Fall experimentell durch die sogenannte **Druckanstiegsmethode** bestimmen: Das System wird möglichst gut evakuiert, und anschließend werden Pumpe und Rezipient durch ein Ventil getrennt. Nun wird die Zeit gemessen, innerhalb welcher der Druck im Rezipienten (Volumen V) um einen bestimmten Betrag, z. B. um eine Zehnerpotenz, ansteigt. Die auf die Zeit bezogene, anfallende Gasmenge Q berechnet sich dann aus:

$$Q = \frac{\Delta p \cdot V}{t} \qquad (5.9)$$

(Δp = gemessener Druckanstieg)

Diese Gasmenge Q setzt sich zusammen aus der Summe aller Gasabgaben und aller eventuell vorhandenen Undichtheiten. Ob es sich um Gasabgaben oder um Undichtheiten handelt, läßt sich grundsätzlich folgendermaßen feststellen:

Die durch Gasabgabe anfallende Gasmenge muß mit der Zeit kleiner werden, die durch Undichtheiten eindringende Gasmenge bleibt dagegen zeitlich konstant. Experimentell läßt sich diese Trennung nicht immer leicht durchführen, da es oft lange dauert, bis sich – bei reiner Gasabgabe – die gemessene Druck-Zeit-Kurve einem konstanten (oder fast konstanten) Endwert nähert, so daß der Anfang dieser Kurve über längere Zeiten geradlinig verläuft und so eine Undichtheit vorgetäuscht wird (siehe auch Abschnitt 9, Lecks und Lecksuche).

Wenn man die Gasabgabe Q und den Enddruck p_{end} kennt, den man erreichen will, dann ist es leicht, daraus das notwendige effektive Saugvermögen der Pumpe zu ermitteln:

$$S_{eff} = \frac{Q}{p_{end}} \qquad (5.10)$$

Beispiel: Ein Rezipient mit 500 ℓ Inhalt habe eine Gesamtoberfläche (einschließlich aller Systeme) von etwa 5 m². Es werde eine ständige Gasabgaberate von $2 \cdot 10^{-4}$ mbar·ℓ/s pro m² Fläche angenommen, ein Wert, mit dem man rechnen muß, wenn an dem Vakuumbehälter z. B. Ventile und Drehdurchführungen angebracht sind. Um in dem System einen Druck von $1 \cdot 10^{-5}$ mbar aufrechtzuerhalten, muß die Pumpe ein Saugvermögen von

$$S_{eff} = \frac{5 \cdot 2 \cdot 10^{-4}\ \text{mbar} \cdot \ell/\text{s}}{1 \cdot 10^{-5}\ \text{mbar}} = 100\,\ell/\text{s}$$

besitzen.

Ein Saugvermögen von 100 ℓ/s ist allein dazu erforderlich, die durch Lecks oder Gasabgabe von den Wänden einströmende Gasmenge ständig abzupumpen. Der eigentliche Evakuierungsprozeß verläuft hierbei analog zu dem in Abs. 5.2.1.1 geschilderten Beispiel. Doch beginnt der Pumpprozeß bei einer Diffusionspumpe nicht bei Atmosphärendruck, sondern beim Vorvakuumdruck p_V. Dann geht Gleichung (5.4) über in:

$$S_{eff} = \frac{V}{t} \cdot \ell n \frac{p_V}{p} = \frac{V}{t} \cdot \ell n\, K$$

Bei einem Vorvakuumdruck $p_V = 2 \cdot 10^{-3}$ mbar ist die „Kompression“ K in unserem Beispiel

$$K = \frac{2 \cdot 10^{-3}}{1 \cdot 10^{-5}} = 200$$

Um den Enddruck von $1 \cdot 10^{-5}$ mbar 5 Minuten nach Beginn des Pumpens mit der Diffusionspumpe zu erreichen, ist ein effektives Saugvermögen von

$$S_{eff} = \frac{500}{5 \cdot 60} \cdot 2{,}3 \cdot \log 200 \approx 9\,\frac{\ell}{\text{s}}$$

erforderlich. Dieses ist viel geringer als das effektive Saugvermögen, das zur Aufrechterhaltung des Enddruckes erforderlich ist. Auspumpzeit und Endvakuum im Hoch- und Ultrahochvakuum-Bereich werden im wesentlichen durch die Gasabgaberate und die Leckraten bestimmt. Auf mathematische Gesetzmäßigkeiten kann in diesem Zusammenhang nicht eingegangen werden. Näheres entnehmen Sie bitte der Fachliteratur.

5.2.2 Evakuieren eines Behälters bei Anfall von Gasen und Dämpfen

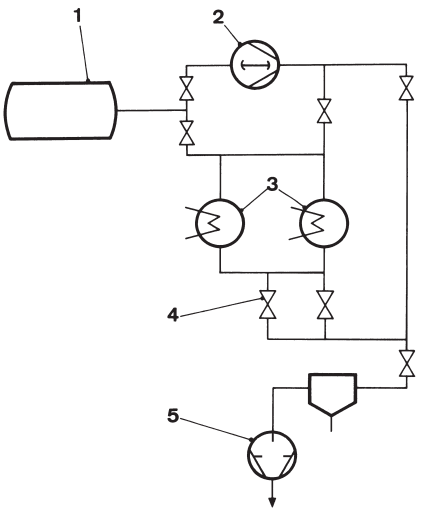
Die in den beiden vorangegangenen Absätzen aufgestellten Betrachtungen über die Auspumpzeiten werden erheblich verändert, wenn während des Evakuierungsprozesses Dämpfe und Gase anfallen. Insbesondere bei Ausheizprozessen, wenn also die Oberflächen des Rezipienten von Verunreinigungen gesäubert werden, können größere Dampfmengen anfallen. Die dadurch auftretenden notwendigen Auspumpzeiten hängen von den verschiedensten Parametern ab. Je höher die Rezipientenwände erhitzt werden, desto größer ist die Gas- und Dampfdesorption von den Wänden. Je heftiger aber durch diese Temperaturerhöhung die Gase und Dämpfe von den Wänden entweichen, desto schneller können sie aus dem Rezipienten entfernt werden.
Die Höhe der für derartige Ausheizprozesse zulässigen Temperaturen wird allerdings wesentlich durch das Material im Vakuumbehälter bestimmt. Genaue Auspumpzeiten lassen sich nur dann rechnerisch ermitteln, wenn die Menge der anfallenden und abzupumpenden Dämpfe bekannt ist. Da dies jedoch außer bei Trocknungsprozessen gewöhnlich nicht der Fall ist, soll auf eine quantitative Behandlung dieser Frage in diesem Rahmen verzichtet werden.

5.2.3 Pumpendimensionierung bei Trocknungsprozessen

Grundsätzlich sind hier zu unterscheiden: Kurzzeittrocknungen und Trocknungsprozesse, die mehrere Stunden, ja sogar Tage in Anspruch nehmen können. Unabhängig von der Trocknungsdauer nehmen alle Trocknungsprozesse etwa den in Abschnitt 5.1.3 aufgeführten Verlauf.
An Hand eines Anwendungsbeispiels, der Salztrocknung (Kurzzeittrocknung), sei ein bereits in der Praxis vielfach erprobter Trocknungsprozeß beschrieben.

Salztrocknen
400 kg feinkörniges Salz mit einem Wassergehalt von etwa 8 Gew.-% soll in möglichst kurzer Zeit (etwa 1 Stunde) soweit getrocknet werden, daß der Wassergehalt geringer ist als 1 Gew.-%. Der zu erwartende Wassergehalt beträgt also etwa 28 kg. Das Salz wird im Rezipienten während des Trocknungsprozesses ständig durchgemischt und auf etwa 80 °C erhitzt. Das Vakuumschema ist in Abb. 5.6 wiedergegeben.

Während des ersten Viertels der Trocknungszeit fällt bereits mehr als die Hälfte der Wasserdampfmenge an. Dabei ist der Kondensator die eigentliche Hauptpumpe. Infolge der hohen Wasserdampftemperatur und des zu Beginn des Trocknens sehr hohen Wasserdampfdruckes wird die Kondensationsleistung eines Kondensators erheblich erhöht. Aus Abb. 5.6 ist zu entnehmen, daß zwei parallel geschaltete Kondensatoren von je 1 m^2 Kondensationsfläche bei einem Ansaugdruck von 100 mbar in 15 Minuten zusammen etwa 15 ℓ Wasser kondensieren können. Während dieses Prozeßbeginns muß allerdings gewährleistet sein, daß der Wasserdampfdruck im Ansaugstutzen der Drehschieberpumpe 50 mbar nicht übersteigt (siehe hierzu Abschnitte 2.1.2.4 bis 2.1.2.7). Da die Vorpumpe hierbei nur den kleinen Teil der unkondensierbaren Gase abzupumpen hat, genügt hier eine einstufige Drehschieberpumpe SOGEVAC SV 65. Mit zunehmender Prozeßdauer sinkt der Wasserdampfanfall und damit der Wasserdampfdruck in den Kondensatoren.



1 Rezipient mit Salzfüllung
2 RUVAC WA 501
3 2 Kondensatoren mit je 1 m² Kondensationsfläche
4 Drosselventil
5 Drehschieberpumpe mit Abscheider

Abb. 5.6
Vakuumschema zur Salztrocknung. Pumpenkombination Wälzkolbenpumpe-Kondensator-Drehschieberpumpe mit Ventilen zur stufenweisen Schaltung des Pumpprozesses (siehe Text)

Nach Absinken des Wasserdampfdruckes im Rezipienten auf unter 27 mbar wird die Wälzkolbenpumpe (z. B. eine RUVAC WA 501) eingeschaltet. Dadurch wird der Wasserdampf schneller aus dem Rezipienten gepumpt, der Druck in den Kondensatoren steigt und ihre Kondensationsleistung wird wieder größer. Bei Erreichen des Sättigungsdampfdruckes des Wasserdampfes in den Kondensatoren werden diese durch Ventile abgetrennt. Im Rezipienten herrscht jetzt nur noch ein Wasserdampfdruck von etwa 4 mbar. Jetzt pumpt nur noch die Wälzkolbenpumpe mit der Gasballastpumpe als Vorpumpe, bis sich ein Wasserdampfdruck von etwa 0,65 mbar im Rezipienten eingestellt hat. Aus Erfahrung kann man annehmen, daß das Salz jetzt den gewünschten Trocknungsgrad erreicht hat.

Papiertrocknen
Will man die Pumpen für einen längeren Prozeßablauf richtig dimensionieren, so ist es zweckmäßig, sich den Prozeßablauf in die charakteristischen Teilabschnitte zerlegt zu denken. Wie dabei im einzelnen vorgegangen wird, soll am Beispiel der Papiertrocknung erläutert werden. Das Papier habe einen Anfangsfeuchtigkeitsgehalt von 8 %, der Kessel das Volumen V.

1. Evakuieren
Die Vorpumpe muß gemäß dem Kesselvolumen und der gewünschten Auspumpzeit dimensioniert werden. Diese Auspumpzeit richtet sich nach der gewünschten Prozeßdauer: Soll der Prozeß der Trocknung nach 12 – 15 Stunden beendet sein, so sollte die Auspumpzeit nicht länger als 1 Stunde dauern. Die Größe der Vorpumpe läßt sich leicht nach Abschnitt 5.2.1.1 berechnen.

2. Vortrocknen
Beim Vortrocknen werden – je nach dem Druckbereich, in dem gearbeitet wird – etwa 75 % der Feuchtigkeit entzogen. Dieses Vortrocknen soll das erste Drittel der Trocknungszeit einnehmen. Wie schnell dieses Vortrocknen abläuft, hängt fast ausschließlich von der genügenden Wärmezufuhr ab. Zum Vortrocknen von einer Tonne Papier in 5 Stunden müssen 60 kg Wasser verdampft werden, d. h. es ist ein Energieaufwand zur Wasserverdampfung von rund 40 kWh notwendig. Da gleichzeitig das Papier auf seine Trocknungstemperatur von ca. 120 °C erwärmt wer-

den soll, müssen im Mittel ca. 20 kW zugeführt werden. Der mittlere Dampfanfall pro Stunde beträgt 12 kg. Ein Kondensator, der eine Leistung von 15 kg/h hat, dürfte also zur Wasserkondensation ausreichen. Ist das Papier vor dem Evakuieren – etwa durch Umlufttrocknung – gut vorgeheizt, muß man in der ersten Trocknungsstunde mit dem doppelten Dampfanfall rechnen.

3. Haupttrocknen

Im zweiten Abschnitt soll der Druck in weiteren 5 Stunden von 20 auf etwa 5,3 mbar gesenkt werden und 75 % der Restfeuchtigkeit (d.h. 19 % der Gesamtfeuchtigkeit oder 15 kg) entzogen werden. Die Pumpe muß also nach den Gleichungen (5.9) und (5.10) ein Saugvermögen haben von

$$S_{eff} = \frac{V \cdot \Delta p}{t \cdot p}$$

Nach Gleichung 1.7 entsprechen 15 kg Wasserdampf bei 15 °C einer Wasserdampfmenge von

$$V \cdot \Delta p = \frac{m \cdot R \cdot T}{M} = \frac{15 \cdot 83{,}14 \cdot 288}{18} \approx$$

$$\approx 20000\,\text{mbar} \cdot \text{m}^3 \quad \text{folglich ist}$$

$$S_{eff} = \frac{20000}{5 \cdot 5{,}3} = 750\,\text{m}^3/\text{h}$$

Damit wäre die Wälzkolbenpumpe RUVAC WA 1001 die geeignete Pumpe. Die noch zulässige Restfeuchtigkeit des Produktes bestimmt den zu erreichenden Enddruck. Die Relation zwischen Enddruck und Restfeuchtigkeit ist für jedes Produkt eindeutig bestimmt, jedoch von Produkt zu Produkt verschieden; in unserem Hause liegen darüber langjährige Erfahrungen vor. Nehmen wir an, es sei eine 0,1 %ige Restfeuchtigkeit gefordert und der hierfür notwendige Endtotaldruck sei $6 \cdot 10^{-2}$ mbar. Während der letzten 5 Stunden fallen dann die restlichen 6 % des Feuchtigkeitsgehaltes oder 5 kg Wasser an. Bei einem mittleren Druck von ca. 0,65 mbar ergibt sich ein Dampfanfall von 2000 m³/h. Es bieten sich zwei Möglichkeiten an:

a) Man arbeitet weiterhin mit der oben erwähnten RUVAC WA 1001. Gemäß der anfallenden Wasserdampfmenge stellt sich der Endtotaldruck ein. Man wartet, bis ein Druck von etwa $6{,}5 \cdot 10^{-2}$ mbar erreicht ist, was natürlich etwas länger dauert.

b) Man dimensioniert die Wälzkolbenpumpe von vornherein etwas größer (z.B. mit einem Saugvermögen von etwa 2000 m³/h ist die RUVAC WA 2001 geeignet). Für größere Papiermengen (z.B. 5000 kg) sind Pumpsätze geeignet, die bei einem Saugvermögen für Wasserdampf bis 20.000 m³/h den Druck automatisch von 27 auf 10^{-2} mbar senken. Die gesamte Trocknungszeit wird durch den Einsatz solcher Pumpsätze wesentlich verkürzt.

5.2.4 Wahl der geeigneten Vorpumpe

Bei der Auswahl einer geeigneten Vorvakuumpumpe sollen möglichst drei Bedingungen erfüllt weden:

1) Übernahmebedingung: Die von der HV-Pumpe geförderte Gasmenge (mbar · ℓ/s) muß von der VV-Pumpe übernommen und abgepumpt werden.

2) Chargierzeiten: Die VV-Pumpe muß so groß sein, daß die gewünschten Chargierzeiten eingehalten werden können, das heißt, die VV-Pumpe muß den Rezipienten in einer vorgegebenen Zeit so weit auspumpen, daß auf die einsatzbereite HV-Pumpe umgeschaltet werden kann.

3) Kostenminimierung: Die VV-Pumpe soll so klein und preiswert, wie möglich sein.

HV-Pumpen arbeiten als kinetisch verdichtende Pumpen eigentlich im molekularen Strömungsbereich, wo es keine gegenseitige Behinderung von Gasteilchen gibt. Der notwendige Vorvakuumdruck für Diffusionspumpen und klassische Turbo-Molekularpumpen wird bei etwa $1 \cdot 10^{-1}$ mbar angegeben und liegt daher schon im Übergangsbereich zur laminaren Strömung (Knudsenströmung). Hier gibt es einerseits bereits Teilchen- Stöße so daß hier - im Gegensatz zum molekularen Bereich - Stauzonen im Bereich der vorvakuumseitigen Stufen gebildet werden können, was die ordentliche Funktion der HV-Pumpe beeinträchtigt. Andererseits nimmt das Saugvermögen der mechanisch verdichtenden VV-Pumpen hier mit kleiner werden Drücken stark ab. Das gilt ganz besonders für einstufige Pumpen. Abhilfe bringt oft der Einbau eines Rootsgebläses, weil dann der Schöpfraum der VV-Pumpe auch bei tiefen Drücken besser gefüllt wird. Die Ausbildung solcher Stauzonen im vorvakuumseitigen Teil der HV-Pumpe hängt naturgemäß neben der Geometrie auch von der geförderten Gasmenge ab. Für eine genaue Dimensionierung der preiswertesten VV-Pumpe, mit der die benötigte Saugleistung noch sicher erbracht wird, ist es daher nötig:

- den maximalen Gasdurchsatz der HV-Pumpe, also ihre Belastung (durch Prozeß, Permeation, Desorption, Lecks) bei dem für den Prozeß nötigen Ansaugdruck zu kennen.
- die Saugleistung der HV-Pumpe als Funktion des Ansaugdruckes zu kennen.

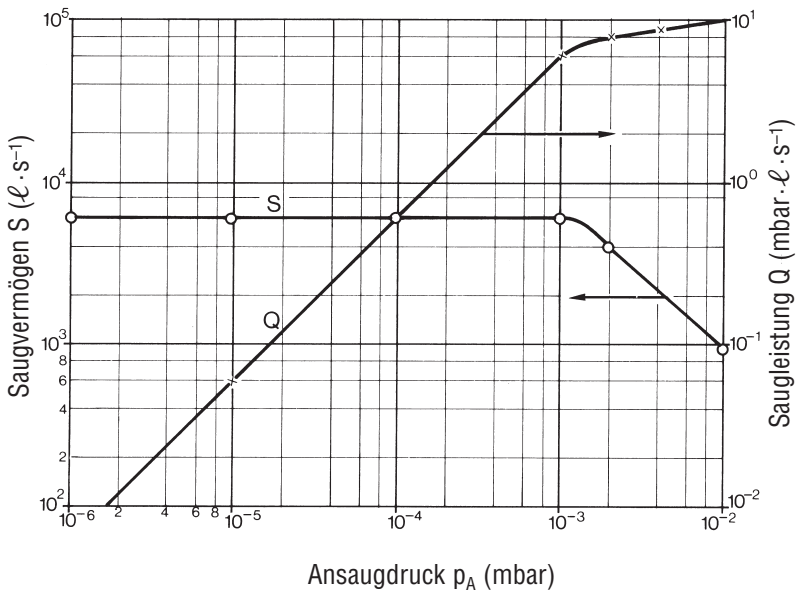
Die von einer Hochvakuumpumpe abgesaugte Gas- bzw. Dampfmenge muß auch von der Vorvakuumpumpe gefördert werden. Dabei darf der für den Betrieb der Hochvakuumpumpe (Diffusionspumpe, Turbo-Molekularpumpe) maximal zulässige Vorvakuumdruck keinesfalls, auch nicht kurzzeitig, überschritten werden. Ist Q die Gas- oder Dampfmenge, die von der Hochvakuumpumpe mit einem effektiven Saugvermögen S_{eff}, bei einem Ansaugdruck p_A abgepumpt wird, so muß diese Gasmenge beim Vorvakuumdruck p_v von der Vorpumpe mit einem Saugvermögen S_v sicher abgeführt werden. Für die effektive Durchflußleistung Q gilt somit die Kontinuitätsgleichung:

$$Q = p_A \cdot S_{eff} = p_v \cdot S_v \qquad (5.11)$$

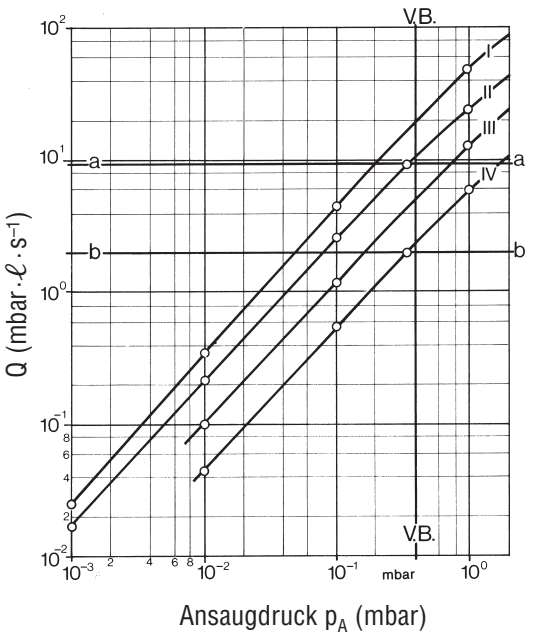
Das erforderliche Saugvermögen der Vorvakuumpumpe berechnet sich daraus zu:

$$S_V = \frac{p_A}{p_V} \cdot S_{eff} \qquad (5.11a)$$

Beispiel: Bei einer Diffusionspumpe mit einem Saugvermögen von 400 ℓ/s betrage das effektive Saugvermögen bei Verwendung einer Schalendampfsperre 50 % des katalogmäßigen Saugvermögens. Der maximal zulässige Vorvakuumdruck (die Vorvakuumbeständigkeit) sei $2 \cdot 10^{-1}$ mbar. Das mindestens erforderliche Saugvermögen der Vorpumpe hängt gemäß Gleichung 5.11a vom Ansaugdruck p_A ab.



a) Saugvermögenskurve einer 6000 ℓ/s Diffusionspumpe



b) Saugleistungskurvenschar von 2-stufigen Sperrschieberpumpen (V.B. = Vorvakuumbeständigkeit)

Abb. 5.7 Diagramm zur graphischen Bestimmung der geeigneten Vorpumpe

Bei einem Ansaugdruck von $p_A = 1 \cdot 10^{-2}$ mbar ist das katalogmäßige Saugvermögen der Hochvakuumpumpe etwa 100 ℓ/s, demnach 50 % davon 50 ℓ/s. Somit muß das Saugvermögen der Vorpumpe mindestens

$$S_V = \frac{1 \cdot 10^{-2}}{2 \cdot 10^{-1}} \cdot 50 = 2{,}5\ \ell/s = 9\ m^3/h$$

betragen.

Bei einem Ansaugdruck von $p_A = 1 \cdot 10^{-3}$ mbar hat die Pumpe bereits ihr Nennsaugvermögen von 400 ℓ/s erreicht; das effektive Saugvermögen beträgt jetzt S_{eff} = 200 ℓ/s; damit wird das erforderliche Saugvermögen der Vorvakuumpumpe

$$S_V = \frac{1 \cdot 10^{-3}}{2 \cdot 10^{-1}} \cdot 200 = 1\ \ell/s = 3{,}6\ m^3/h$$

Soll die Hochvakuumpumpe zum Abpumpen von Gasen oder Dämpfen zwischen 10^{-3} und 10^{-2} mbar eingesetzt werden, dann muß man eine Vorvakuumpumpe mit einem Nennsaugvermögen von 12 m³/h benutzen, die bei $2 \cdot 10^{-1}$ mbar auf jeden Fall noch ein Saugvermögen von 9 m³/h hat. Sofern keine Dämpfe abgepumpt werden, genügt oft eine einstufige Drehschieberpumpe, die ohne Gasballast zu betreiben wäre. Werden aber (auch nur geringe) Anteile von Dämpfen mit abgepumpt, so sollte man auf jeden Fall eine zweistufige Gasballastpumpe als Vorvakuumpumpe wählen, die auch bei Betrieb mit Gasballast das erforderliche Saugvermögen bei $2 \cdot 10^{-1}$ mbar erreicht.

Soll die Hochvakuumpumpe nur bei Ansaugdrücken unterhalb 10^{-3} mbar eingesetzt werden, so genügt eine kleinere Vorvakuumpumpe; für das angeführte Beispiel eine Pumpe mit einem Nennsaugvermögen von 6 m³/h. Liegen die ständigen Ansaugdrücke noch niedriger, z.B. unterhalb 10^{-4} mbar, so berechnet sich das erforderliche Saugvermögen der Vorvakuumpumpe gemäß Gleichung 5.11a zu

$$S_V = \frac{1 \cdot 10^{-4}}{2 \cdot 10^{-1}} \cdot 200 = 2{,}1\ \ell/s = 0{,}36\ m^3/h$$

Theoretisch würde es in diesem Fall genügen, eine kleine Vorvakuumpumpe mit etwa 1 m³/h Saugvermögen einzusetzen. In der Praxis sollte man jedoch die Vorvakuumpumpe nicht so knapp bemessen, weil es besonders bei Anfahrprozessen zu kurzzeitigen stärkeren Gasausbrüchen im Vakuumbehälter kommen kann. Der Betrieb der Hochvakuumpumpe ist gefährdet, wenn die Gasmengen von der Vorvakuumpumpe nicht sofort abgeführt werden können. Arbeitet man ständig bei sehr niedrigen Ansaugdrücken, so ist der Einbau eines Puffervolumens (Vorvakuumbehälters) zwischen Hoch- und Vorvakuumpumpe zu empfehlen. Die Vorvakuumpumpe braucht dann nur kurzzeitig betrieben zu werden. Der maximal zulässige Vorvakuumdruck darf hierbei auf keinen Fall überschritten werden.

Die Größe des Puffervolumens richtet sich nach dem abzupumpenden Gesamtgasstrom. Ist dieser sehr gering, dann rechnet man mit einem halben Liter Puffer-Volumen pro Minute zulässiger Pumpzeit auf das gegen die Vorpumpe abgesperrte Puffervolumen.

5.2.4.1 Bestimmung der Vorvakuumpumpe mit Hilfe von Saugvermögens- und Saugleistungskurven

Zur Bestimmung der geeigneten Vorpumpe wird vielfach auch ein graphisches Verfahren verwendet; man geht dabei nach Gleichung 5.11 von der Saugleistungscharakteristik der Pumpen aus. Diese ergibt sich wie folgt:

Man leitet aus der bekannten Saugvermögenscharakteristik für die Diffusions-

pumpe im Beispiel der 6000 ℓ/s-Pumpe (Kurve S in Abb. 5.7a) die Saugleistungscharakteristik und damit den Massenstrom dadurch ab, daß man die Saugvermögenswerte S mit den entsprechenden Werten für den Ansaugdruck p_A multipliziert und das Ergebnis Q der Multiplikation als Funktion der gleichen p_A-Werte aufträgt. Dies ergibt Kurve Q in Abb. 5.7b. Unter der Annahme, daß der Ansaugdruck der Diffusionspumpe nicht höher als 10^{-2} mbar wird, ergibt sich aus Kurve Q eine maximale Saugleistung von 9,5 mbar/s.

Die Vorpumpe muß nun so gewählt werden, daß sie diese Gasmenge bei einem Druck bewältigen kann, der gleich oder geringer ist als die Vorvakuumbeständigkeit der Diffusionspumpe, die bei der 6000 ℓ/s-Pumpe $4 \cdot 10^{-1}$ mbar beträgt.

Ausgehend von den Saugvermögenscharakteristiken einer Reihe handelsüblicher 2-stufiger Sperrschieberpumpen bestimmt man nun die dazu gehörigen Saugleistungskurven in analoger Weise, wie dies bei der Diffusionspumpe (Abb. 5.7a) durchgeführt wurde. Das Ergebnis ist eine Kurvenschar gemäß Abb. 5.7b für vier zweistufige Sperrschieberpumpen mit den Nennsaugvermögen 200 m³/h (Kurve 1), 100 m³/h (Kurve 2), 50 m³/h (Kurve 3) und 25 m³/h (Kurve 4). An der Abszisse ist die Vorvakuumbeständigkeit der 6000 ℓ/s Diffusionspumpe von $4 \cdot 10^{-1}$ mbar mit V.B. markiert. Schneidet man nun die Kurvenschar mit dem maximalen Saugleistungswert Q = 9,5 mbar ℓ/s der Diffusionspumpe (Schnittgrade a), so ist der erste Schnittpunkt, der zu einem Vorvakuumdruck kleiner $4 \cdot 10^{-1}$ mbar gehört, mit Kurve 2 gegeben. Die kleinste Vorpumpe, die den maximalen Gasstrom der Diffusionspumpe zu bewältigen vermag, ohne den Betrieb der Diffusionspumpe nachteilig zu beeinflussen, ist daher im gewählten Beispiel eine zweistufige 100 m³/h Sperrschieberpumpe.

Ist der maximale Gasstrom von 9,5 mbar · ℓ/s vom Pumpverfahren oder Prozeß her überhaupt nicht zu erwarten, so kommt man natürlich mit einer kleineren Vorpumpe aus. Ist beispielsweise höchstens ein Gasstrom von 2 mbar · ℓ/s zu erwarten (Schnittgerade b), so ergibt die Eintragung dieses Wertes in das Diagramm der Abb. 5.7b, daß bereits eine viel kleinere Vorpumpe mit 25 m³/h ausreichend ist (Kurve 4).

5.2.4.2 Bestimmung der günstigsten Pumpenkombination mit Operationsdiagrammen

Besonders übersichtlich sind Operationsdiagramme mit der Saugleistung in Abhängigkeit vom Ansaugdruck der Hochvakuumpumpe und den in frage kommenden Vorvakuumpumpen, wie sie für neuere Hochvakuumpumpen oft vorliegen (siehe Abb. 5.8). Dabei sind zwei Punkte besonders zu berücksichtigen:

a) In allgemeinen Herstellerunterlagen werden Strömungsverluste (Leitwert zwischen Pumpe und Rezipient) nicht berücksichtigt, sie spielen aber besonders im HV eine sehr wichtige Rolle. In diesen Unterlagen wird damit vorausgesetzt, daß die Pumpe direkt an den Rezipienten angeflanscht wird.

b) Saugvermögen und damit Saugleistung sind bei kinetisch verdichtenden Pumpen (Diffussionspumpen, Turbo-Molekularpumpen) von der Gasart abhängig. In der Praxis muß vor allem das gegenüber schweren Gasen wie Luft, Stickstoff, Sauerstoff oder Argon viel kleinere Saugvermögen und die viel kleinere Kompression für leichte Gase, wie Wasserstoff, Helium und Neon berücksichtigt werden.

Vor allem für den Anwender vor Ort wird die Ermittlung der nötigen HV-Pumpe und der günstigsten VV-Pumpe (oder VV-Pumpenkombination) mit diesem Diagramm einfach und übersichtlich: Zunächst wird zum Beispiel aus den für die verschiedenen HV-Pumpen vorliegenden Saugleistungsdiagrammen die geeignetste Turbo-Molekularpumpe für die notwendige Saugleistung bei dem benötigten HV-Druck ausgewählt. Anschließend wird für diese HV-Pumpe mit Hilfe ihres Saugleistungsdiagrammes, in dem nicht nur ihre eigene Saugleistungskurve, sondern auch die Saugleistungskurven in frage kommender VV-Pumpen für verschiedene Ansaugdrücke eingetragen sind die günstigste VV-Pumpe bestimmt. Durch einfaches Einzeichnen der benötigten Werte für HV-Druck und Gasdurchsatz (Saugleistung) in das Diagramm wird die gewünschte Kombination mit einer VV-Pumpe unmittelbar abgelesen.

Dies soll an einem Beispiel an Hand von Abb. 5.8 erläutert werden: Die Kennlinie der TW 250 S zeigt für eine gewünschte Saugleistung (Durchsatz) den erreichbaren Ansaugdruck. Im rot gezeichneten Beispiel kann die Saugleistung von 3 mbar · ℓ/s nur mehr bei einem Ansaugdruck von $3 \cdot 10^{-2}$ mbar aufrecht erhalten werden. Die rot gestrichelte Grenzlinie für die Vorvakuumübergabe markiert den maximal möglichen Übergabebereich für Vorvakuumpumpen: Nur wenn die Saugleistungskennlinie einer Vorvakuumpumpe oder VV-Pumpenkombination die rote 3 mbar · ℓ/s Linie links von der rot gestrichelten Grenzlinie für die Vorvakuumübergabe schneidet, darf diese Pumpe als

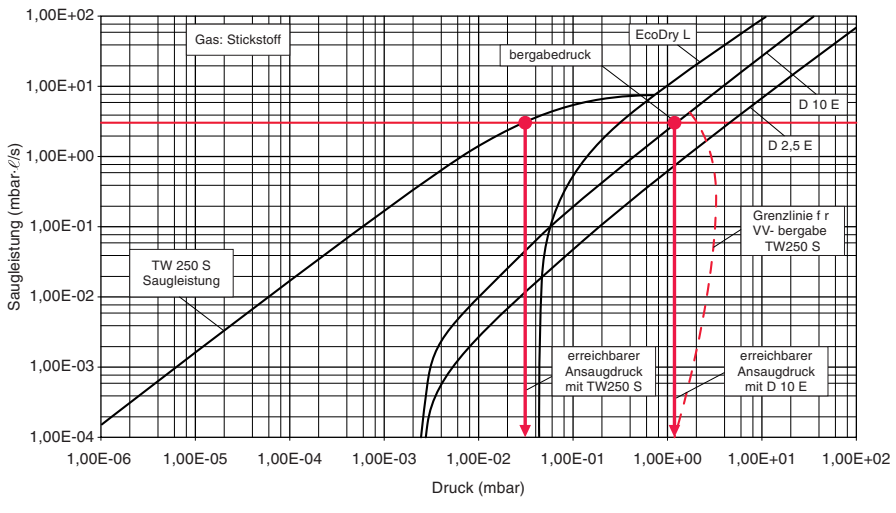
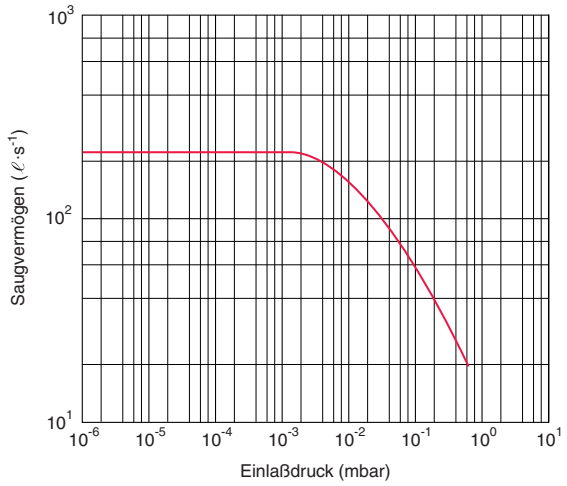
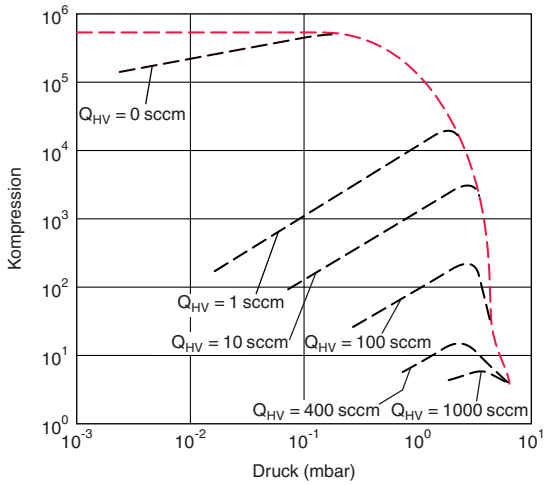


Abb. 5.8
Operationsdiagramm: Saugleistung der TW 250 S mit Vorvakuumpumpen als Funktion vom Vorvakuumdruck



a) Saugvermögen für Stickstoff



b) Kompression für Stickstoff
Parameter: Gasdurchsatz

Abb. 5.9
Saugvermögen und Kompression der TW 250 S für Stickstoff

Vorvakuumpumpe verwendet werden. Im Beispiel erfüllt die EcoDry L die Bedingung leicht und könnte den Gasdurchsatz von 3 mbar·ℓ/s bei einem Ansaugdruck von $3 \cdot 10^{-1}$ mbar bewältigen. Die D 10 E würde es bei einem Ansaugdruck von 1 mbar als Übergabedruck schaffen, aber die D 2,5 E wäre zu klein.

Achtung: Das Diagramm

- gilt nur für das Gas Stickstoff und
- berücksichtigt keinerlei Leitwertverluste

Welche Messungen ergeben diese „Grenzlinie für die VV-Übergabe“?

Bei einer Kombination einer HV-Pumpe mit einer reichlich dimensionierten VV-Pumpe wird für verschiedene diskrete, in die HV-Pumpe eingelasse Gasströme (mbar·ℓ/s) die VV-Pumpleistung durch eine Drossel oder durch zusätzlichen Gaseinlaß in die VV-Pumpe so weit herabgesetzt, bis auch der Hochvakuumdruck um 10% ansteigt, also beispielsweise von $1{,}0 \cdot 10^{-4}$ auf $1{,}1 \cdot 10^{-4}$ mbar. Gleichzeitig wird der Einlaßdruck in die VV-Pumpe gemessen. Mögliche Gründe für den HV-Druckanstieg können sein: die Kompression der Turbo-Molekularpumpe bricht zusammen, die Pumpe wird zu warm, ihr Motor ist zu schwach, um die Drehzahl aufrecht zu erhalten oder dgl. Die Verbindung der erhaltenen Meßwerte für die einzelnen in die HV-Pumpe eingelassenen Gasströme ergibt für diese HV-Pumpe die Grenzlinie für die VV-Übergabe.

In unserem Beispiel ist der rot gekennzeichnete Gastrom in die HV-Pumpe 3 mbar·ℓ/s. Die reichlich dimensionierte VV-Pumpe EcoDry L bewältigt diese 3 mbar·ℓ/s bei einem Ansaugdruck (= Übergabedruck) von $3 \cdot 10^{-1}$ mbar. Durch zusätzlichen Einlaß von Stickstoff in den Ansaugstutzen der EcoDry L wird zunächst problemlos bis 2,0 mbar Übergabedruck eine immer kleinere Saugleistung der EcoDry L simuliert. Bei einem Übergabedruck von 2,0 mbar aber, ist die Grenze erreicht, bis zu der - bei Gaseinlaß von 3 mbar·ℓ/s - der Anstieg des Übergabedruckes von der Turbo-Molekularpumpe toleriert wird. Bei noch weiterem Anstieg würde auch der Ansaugdruck der HV-Pumpe ansteigen. Der Bereich zwischen Saugleistungskurve und Grenzlinie für VV-Übergabe einer Turbo-Molekularpumpe ist ihr Spezifikationsbereich und gibt für jede Saugleistung die maximal erreichbare Kompression an. Bei höheren VV-Übergabedrücken würde die Pumpe außerhalb ihrer Spezifikationen betrieben werden! In unserem Beispiel muß der in die TW 250 S eingelassenen Gasstrom von 3 mbar·ℓ/s von einer VV-Pumpe übernommen d.h. abgepumpt werden. Dabei darf der Übergabedruck nicht rechts von der „Grenzlinie für VV-Übergabe“, also nicht über 2 mbar liegen. Das entspricht gerade der VV-Pumpe D 5 E.

Bisher übliche Darstellungen von Saugvermögens- und Kompressionskurven

Die bisher üblichen Darstellungen von Saugvermögens- und Kompressionskurven waren für die Auslegung der Pumpsätze unübersichtlicher und daher vor allem für den Kunden schwerer anwendbar. Im allgemeinen wurde der „mindestens benötigte VV-Druck“ sowohl für Diffusionspumpen als auch für klassische Turbo-Molekularpumpen als feste Größe bei etwa $1 \cdot 10^{-1}$ mbar angegeben. Abb. 5.9a zeigt die Saugvermögenskurve und Abb.5.9b die Kompressionskurven der TW 250 S für Stickstoff. Die Kompres-sion (manchmal auch als Kompressionsverhältnis bezeichnet) ist das Verhältnis zwischen Partialdruck einer Gaskomponente am VV-Flansch zu dem am HV-Flansch. Die maximale Kompression k_0 finden wir bei der Saugleistung Null. Weil aber die Saugleistung Null wegen der Desorption von den Wänden, der Permeation durch Dichtungen und wegen Lecks nicht wirklich realisierbar ist bleibt k_0 ein rein theoretischer Wert. Im Diagramm ist k_0 die „Einhüllende“ der bei verschiedenen Gasdurchsätzen gemessenen Kurven (in Abb. 5.9b rot gestrichelt dargestellt). Für tiefere Drücke, unterhalb von $1 \cdot 10^{-1}$ mbar, wird sie für den Gasdurchsatz (= Saugleistung) Null extrapoliert.

Vielfach wird auch heute noch nur mit Kurven für Saugvermögen und Kompression argumentiert. Für klassische Turbo-Molekularpumpen sind die Saugvermögen

(ℓ/s) von tiefen Ansaugdrücken kommend bis etwa 10^{-3} mbar konstant und sinken etwa im Bereich von 10^{-3} mbar bis 10^{-1} mbar auf Null ab. Die Form der abfallenden Kurve ist vom angeschlossenen VV-System abhängig. Im rechten Diagramm ist k_0 die rot gezeichnete Kurve. Die schwarzen Kompressionskurven sind für diskrete Saugleistungen in (mbar ℓ/s) gemessene Kurven.
Zwar konnte auch bisher das Saugvermögen mit dem Ansaugdruck multipliziert werden, um die Saugleistungskurve zu berechnen und die VV-Pumpe bei dem höchsten, zulässigen VV-Druck für die Übergabe zu dimensionieren. Unklar blieb aber, welche kleinste (preiswerteste) VV-Pumpe bei vorgegebener Saugleistung und noch konstant bleibenden HV-Ansaugdruck eingesetzt werden kann. Dies gilt im besonderem Maße für die modernen, sogenannten Compound-Turbo-Molekularpumpen mit einem im gleichen Gehäuse zusätzlich eingebauten Verdichter für den viskosen Strömungsbereich (z. B. Holweckstufe oder Siegbahnstufe). Diese Pumpen können nämlich mit wesentlich höheren Übergabedrücken an das VV-System betrieben werden, als das bisher mit den klassischen Turbomolekularpumpen möglich war.

Die Erstellung der neuen Saugleistungsdiagramme erfordert keinen größeren meßtechnischen Aufwand. Sie sind aber besonders übersichtlich und erleichtern die praktische Arbeit bei der Dimensionierung von Pumpsätzen sehr und machen diesen Vorgang auch für Kunden transparent. Die Anforderungen des Kunden sind fast immer, bei einem bestimmten Ansaugdruck einen vorgegebenen Gasdurchsatz zu realisieren. Genau diese Werte können in das Saugleistungsdiagramm eingetragen und die benötigten Pumpen unmittelbar festgelegt werden.

5.2.5 Ermittlung von Auspumpzeiten aus Nomogrammen

In der Praxis würde, etwa zur Kostenabschätzung einer geplanten Vakuumanlage, die Berechnung von Auspumpzeiten t in Abhängigkeit vom effektiven Saugvermögen S_{eff}, dem geforderten Druck p und dem Behältervolumen V mit den aufgeführten Gleichungen zu mühsam und zu aufwendig sein. Nomograme sind hilfreicher. Mit dem Nomogramm in Abb. 13.7, Abschnitt 13 können die Auspumpzeiten für Vakuumanlagen, die mit Drehkolbenpumpen evakuiert werden, schnell ermittelt werden, wenn das Saugvermögen der betreffenden Pumpe im durchfahrenen Druckbereich einigermaßen konstant ist. Mit den dort aufgeführten drei Beispielen ist die Anwendung des Nomogrammes leicht zu verstehen.

Die Auspumpzeiten von Dreh- und Sperrschieberpumpen sind, sofern das Saugvermögen der betrachteten Pumpe bis zum geforderten Druck konstant ist, an Hand des Beispiels 1 bestimmbar.

Wälzkolbenpumpen haben im allgemeinen in dem zu betrachtenden Arbeitsbereich kein konstantes Saugvermögen. Zur Abschätzung der Auspumpzeit genügt es allerdings meistens, das mittlere Saug-vermögen anzunehmen. Die Beispiele 2 und 3 des Nomogrammes zeigen darüber hinaus, daß bei Wälzkolbenpumpen die Kompression K nicht auf den Atmosphärendruck (1013 mbar), sondern auf den Druck zu beziehen ist, bei dem die Wälzkolbenpumpe eingeschaltet wird.

Im Feinvakuumgebiet machen sich die Gasabgabe oder Leckrate bereits erheblich bemerkbar. Das Nomogramm in Abb. 13.10, Abschnitt 13 läßt entsprechende Bestimmungen der Auspumpzeit im Feinvakuumgebiet zu.

Beispiele:
Für viele Anwendungsfälle ist es zweckmäßig, den jeweils erreichbaren Druck in Abhängigkeit von der Auspumpzeit aufzutragen. Dies ist mit Hilfe des Nomogrammes in Abb. 13.7, Abschnitt 13 leicht möglich.

Als **erstes Beispiel** soll die Auspumpkurve, also der Zusammenhang zwischen Druck p und Pumpzeit t_p (im Nomogramm als p_{Ende} bezeichnet) und der erreichbare Enddruck für den Fall hergeleitet werden, daß ein 5 m³-Behälter mittels einer einstufigen Sperrschieberpumpe E 250 evakuiert wird. Diese Pumpe hat ein Saugvermögen von S_{eff} = 250 m³/h und einen Enddruck $p_{end,\,p} = 3 \cdot 10^{-1}$ mbar mit Gasballast und $p_{end,\,p} = 3 \cdot 10^{-2}$ mbar ohne Gasballastbetrieb. Die Zeitkonstante $\tau = V/S_{eff}$ (nach Gleichung 5.6) ist in beiden Fällen gleich und beträgt gemäß Nomogramm 13.7 70s (Leiter 3). Für alle Drücke $p_{Ende} > p_{end,\,p}$ ergibt die Verbindungslinie vom „70 s“ Punkt auf Leiter 3 mit dem ($p_{Ende} - p_{end,\,p}$)-Punkt auf der rechten Skala der Leiter 5 den entsprechenden t_p-Wert. Dieses graphische Verfahren führt zu den Kurven a und b in Abb. 5.10.

Es ist etwas mühsamer die Auspumpkurve ($p_{Ende,\,t_p}$) im Falle einer Pumpenkombination zu bestimmen. Dies soll im **zweiten Beispiel** gezeigt werden: Der 5 m³-Behälter wird mittels der Wälzkolbenpumpe WA 1001 evakuiert, die mit der ohne Gasballast arbeitenden Vorpumpe E 250 (wie oben) kombiniert ist und zwar so, daß die Wälzkolbenpumpe erst dann eingeschaltet wird, wenn der Druck im Behälter auf 10 mbar abgefallen ist. Da die Saugvermögenscharakteristik der Kombination WA 1001/E 250 – im Gegensatz zur Charakteristik der Pumpe E 250 – keineswegs mehr über den größ-

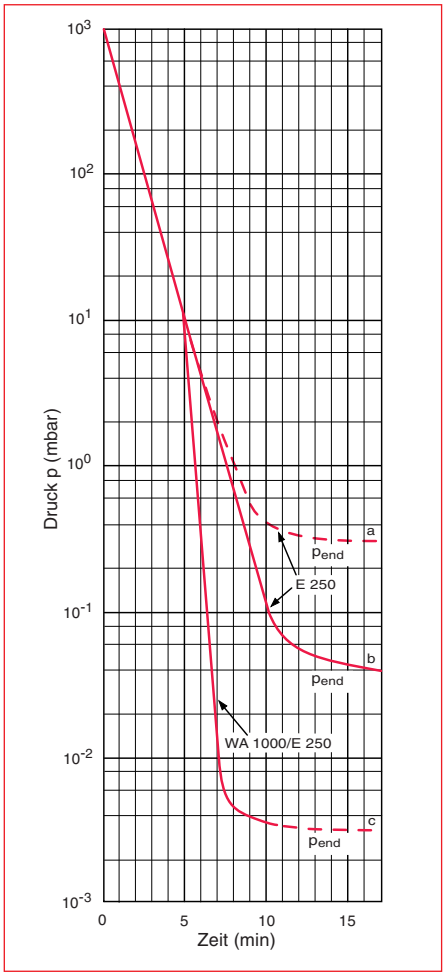


Abb. 5.10
Auspumpzeit t_p eines 5 m³ Behälters mit einer Sperrschieberpumpe E 250 mit einem Nennsaugvermögen von 250 m³/h mit (a) und ohne Gasballast (b), sowie der Wälzkolben-/Sperrschieber-Pumpenkombination WA1001/E250 für einen Einschaltdruck der WA 1001 von 10 mbar (c)

ten Teil des Druckbereichs horizontal verläuft (siehe zum Vergleich den analogen Verlauf der Charakteristik der Kombination WA 2001/ E 250 in Abb. 2.57) muß man als Näherung über bestimmte Druckbereiche Mittelwerte für S_{eff} einführen. Für die Kombination WA 1001/E 250 sind dies folgende:

S_{eff} = 800 m³/h für den Druckbereich von 10 mbar bis 1 mbar

S_{eff} = 900 m³/h für den Druckbereich von 1 mbar bis $5 \cdot 10^{-2}$ mbar

S_{eff} = 500 m³/h für den Druckbereich von $5 \cdot 10^{-2}$ mbar bis $5 \cdot 10^{-3}$ mbar.

Der Enddruck der Kombination WA1001/ E 250 beträgt: $p_{end,\,p} = 3 \cdot 10^{-3}$ mbar. Mit den angegebenen Zahlenwerten findet man analog zum ersten Beispiel die entsprechenden Zeitkonstanten und mit Hilfe der Druckreduktion R an der linken Skala der Leiter 5 die Auspumpzeiten t_p. Das Ergebnis ist die Kurve c in Abb. 5.10.

5.2.6 Computergestützte Berechnungen bei Oerlikon Leybold Vacuum

Naturgemäß werden die Berechnungen für die Auslegung unserer Anlagen für die Industrie mittels Computerprogrammen erstellt. Diese erfordern eine hohe Rechner- und Speicherkapazität und stehen daher für einfache Überschlagsberechnungen meist nicht zur Verfügung.

6 Verbindungselemente – Flansche und Ventile

6.1. Flansche und ihre Abdichtungen

6.1.1 Flanschsysteme

HV-Bauteile bestehen aus Aluminium oder aus Edelstahl. Die Edelstahlausführung ist zwar etwas teurer, bietet aber eine Reihe von Vorteilen: Geringe Gasabgabe, korrosionsfest, ausheizbar bis 200 °C, Metalldichtungen möglich, und nicht zuletzt eine gegenüber Aluminium wesentlich höhere Kratzfestigkeit. Lösbare Verbindungen von metallischen Vakuumbauelementen, Pumpen, Ventilen, Rohrleitungen usw. werden im allgemeinen mit Flanschen hergestellt. LEYBOLD-Bauelemente für Grob-, Fein- und Hochvakuum sind serienmäßig mit den im folgenden beschriebenen Flanschsystemen ausgerüstet. Die freie Öffnung der Flansche sollte grundsätzlich nicht kleiner sein als der Querschnitt der Rohrleitungen und Bauelemente, die durch sie verbunden werden. Sofern keine aggressiven Gase und Dämpfe abgepumpt werden und das Vakuumsystem keinen Temperaturen oberhalb 80 °C ausgesetzt wird, genügen zum Abdichten der Flansche Runddichtringe aus Perbunan. Dies ist oft für Arbeiten im Grob-, Fein- und auch im Hochvakuum-Bereich der Fall und darüber hinaus regelmäßig, um Vakuumsysteme vor der endgültigen Montage auf Funktionstüchtigkeit zu überprüfen.

6.1.1.1 Kleinflansche

(ISO-KF) Schnellverbindungen nach DIN 28 403) der Nennweiten 10, 16, 20, 25, 32, 40 und 50. Die Nennweiten 10, 16, 25 und 40 sind Vorzugsnennweiten gemäß den PNEUROP- und ISO-Empfehlungen (Technisches Komite TC/112). Die Verbindung besteht aus den Kleinflanschen mit Innen- oder Außenzentrierring zur Stütze des O-Ringes und einem Spannring bzw. Schnellspannring. Kleinflansche sind die am weitesten verbreitete Flanschverbindung an Standardvakuumbauteilen, siehe Abb. 6.1a und 6.1b. Normalerweise sind sie mit Elastomerdichtungen aus Perbunan, Neopren oder Viton gedichtet. Für erhöhte Anforderungen können sie aber auch metallisch mit Ultardichtscheiben aus Aluminium (mit Außenstützring und besonderem Spannring für Ultradichtscheiben) abgedichtet werden, siehe Abb. 6.1c und 6.1d

6.1.1.2 Klammerflansche

(ISO-K) der Nennweiten 63, 100, 160, 250, 320, 400, 500 und 630. Auch diese Flansche entsprechen hinsichtlich der Nennweite und Konstruktion den PNEUROP- und ISO/TC 112-Empfehlungen. Klammerflansche können mit Klammerschrauben (siehe Abb. 6.2a) oder mit Hilfe von Überwurfflanschen (siehe Abb. 6.2b) verbunden werden. Zur Abdichtung sind Zentrierringe mit O-Ring und Stützring oder Dichtscheiben mit O-Ring und Stützring nötig.

Auch Klammerflansche können alternativ mit Ultra-Dichtscheiben aus Aluminium metallisch gedichtet werden. Die metallische Abdichtung von Kleinflanschen und Klammerflanschen empfiehlt sich immer dann wenn

- Ausheiztemperaturen von 200 °C erreicht werden müssen
- die Permeation durch Elastomerdichtungen vermieden werden muß.

Die Permeation durch Elastomerdichtungen kann vor allem bei der Lecksuche durch Bildung eines „Prüflingsuntergrundes“ störend sein (siehe Abschnitt 9).

Bei Anschluß von Diffusionspumpen mit Elastomerdichtungen werden manchmal empfindliche Druckmessungen durch peakförmige (nadelförmige) Lufteinbrüche gestört. Diese stammen von der durch die Elastomerdichtungen diffundierenden Luft, die sich zwischen Behälterwand-Dichtung-Pumpe und zurückfließendem Ölfilm sammelt: Es entstehen kleine Bläschen, die langsam wachsen und dann plötzlich in regelmäßigen Abständen „explodieren“ und so einen sehr kurzzeitigen Druckanstieg um bis zu 3 Zehnerpotenzen verursachen.

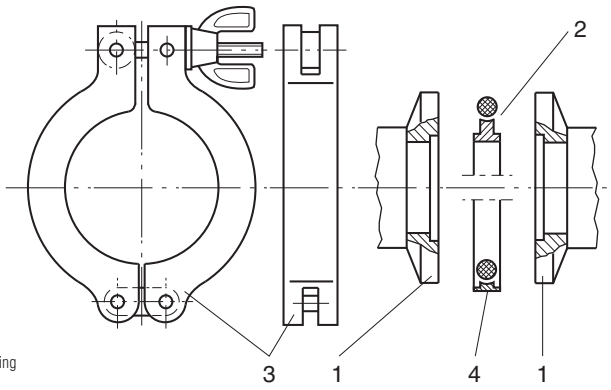
6.1.1.3 Feste Flansche

(ISO-F) aller Nennweiten (nach PNEUROP und ISO/TC 112, siehe oben). In Sonderfällen werden allerdings auch Festflansche mit kleineren Nennweiten verwendet. Mit entsprechenden Überwurfflanschen kann der Klammerflansch mit verschiedenen Festflanschsystemen (DIN 2501, ISO-F, etc.) verbunden werden; siehe Beispiel in Abb. 6.3

6.1.1.4 CF-Flansche

UHV-Bauteile bestehen aus Edelstahl und sind mit hochausheizbaren **CF-Flanschen** ausgerüstet, die beginnend bei Nennweite 16 bis zur Nennweite 250 serienmäßig gefertigt werden. CF-Flansche werden sowohl als Festflansche als auch mit drehbaren Überwurfflanschen geliefert. Sie können mit CONFLAT®-Flanschen (eingetragenes Warenzeichen der Firma Varian, Palo Alto, California, USA) fast aller Hersteller verbunden werden. Zum Dichten werden normalerweise Dichtringe aus OFHC-Kupfer verwendet. (OFHC aus dem englischen: **O**xigen **F**ree **H**igh **C**onductivity). Diese Dichtungen können nur einmal verwendet werden. Für die gängigen Größen bis etwa Nennweite 150 gibt es auch Vitilan Flachdichtungen, um z. B. bei einem zunächst nur provisorischen Aufbau den zeitaufwendigen Einbau von Kupferdichtungen zu ersparen (siehe Abb. 6.4 a-c).

Manche Geräte, wie z. B. Massenspektrometersensoren werden meist ausschließlich mit CF-Flanschen geliefert, weil es sinnvoll ist diese Geräte metallisch abzudichten, sowohl um Permeation durch Elastomerdichtungen auszuschließen, als auch um die Geräte ausheizen zu können.



1 Kleinflansche
2 Zentrierring mit O-Ring
3 Spannring
4 Außen-Zentrierring mit O-Ring

Abb. 6.1a
Kleinflansch-Verbindung KF

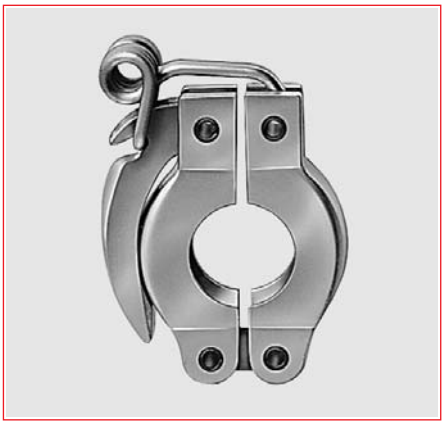


Abb. 6.1b
Schnell-Spannring

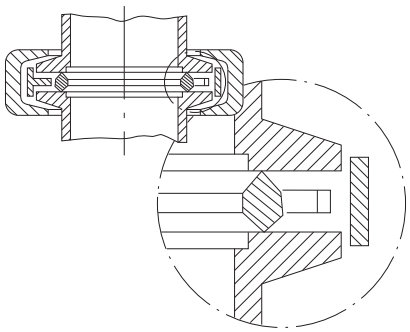


Abb. 6.1c
Kleinflansch-Verbindung mit Ultra-Dichtring

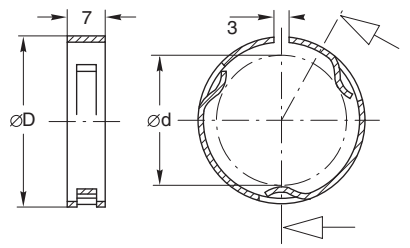
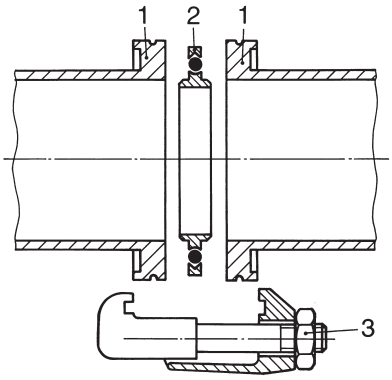
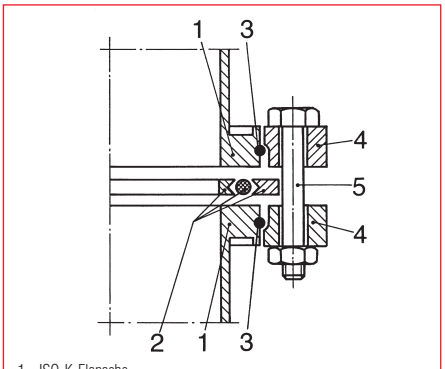


Abb. 6.1d
Außen-Stützring



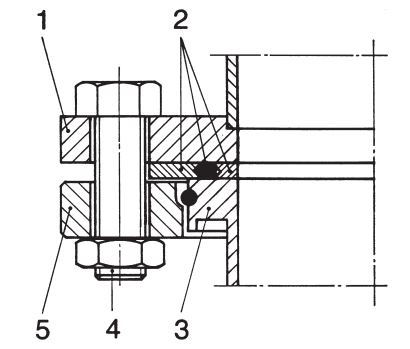
1 Klammerflansche
2 Zentrierring und O-Ring mit Außen-Stützring
3 Klammer

Abb. 6.2a
Klammerflansch-Verbindung ISO-K



1 ISO-K-Flansche
2 Dichtscheibe bestehend aus Zentrierring und O-Ring mit Außen-Stützring
3 Sprengringe
4 Überwurf-Flansche (ISO-F)
5 Schraube mit Mutter

Abb. 6.2b
Klammerflansch-Verbindung mit Überwurf-Flanschen



1 Flansch DIN 2501 ND6
2 Dichtscheibe bestehend aus Zentrierring und O-Ring mit Außen-Stützring
3 ISO-K-Flansch
4 Schraube mit Mutter
5 Überwurf-Flansch mit Sprengring DIN 2501 ND6

Abb. 6.3
Verbindung zwischen Flansch DIN 2501 ND 6 und ISO-K-Flansch mit Überwurf-Flansch DIN 2501

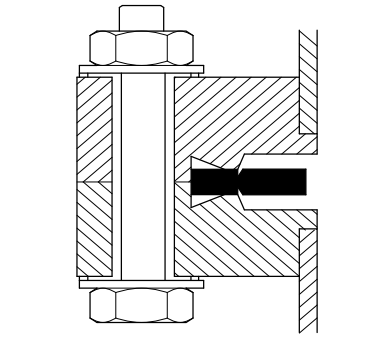


Abb. 6.4a
CF-Flansch

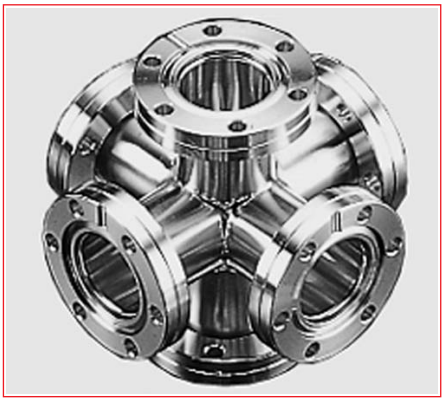


Abb. 6.4b
Doppelkreuzstück

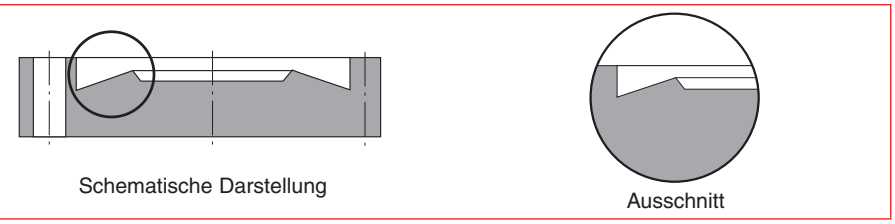


Abb. 6.4c
Das stabilisierte LEYBOLD-Schneiden-Profil

6.1.1.5 Materialbezeichnungen für metallische Werkstoffe in der Vakuumtechnik

Hochlegierte, rostfreie Stähle			
Norm / Werkstoff	Werkstoffkurzname	Norm	u. a. verwendet für
DIN-EN 10088-1		AISI	
1.4301	X5 Cr Ni 18-10	304	Flansche, Rohre
1.4305	Cr Ni S 18-9	303	Zentrierringe
1.4306	X2 Cr Ni 19-11	304 L	CF-Flansche
1.4310	X10 Cr Ni 18-8	301	
1.4401	X5 Cr Ni Mo 17-12-2	316	
1.4404	X2 Cr Ni Mo 17-12-2	316 L	
1.4435	X2 Cr Ni Mo 18-14-3	316 L	Rohre
1.4541	X6 Cr Ni Ti 18-10	321	
1.4571	X6 Cr Ni Mo Ti 17-12-2	316 Ti	Federbälge, Schläuche
DIN-EN 10213-4			
1.4552	G X5 Cr Ni Nb 19-11	–	KF-Feinguß

Tabelle 6.1a: Stahlwerkstoffe, hochlegiert und rostfrei

Niederlegierte und unlegierte Stähle			
Norm / Werkstoff	Werkstoffkurzname alt / neu (EN10027-1)	Norm	u. a. verwendet für
DIN-EN 10025 - Baustahl		AISI / SAE	
1.0037	St 37-2 / S 235 JR		Flansche
DIN 2391-2 - Präzisionsstahlrohre			
1.0308	St 35 NBE / S 235 G2T	–	Flansche
1.0308.07	St 35 / S 235 G2T	–	Flansche, Rohre
DIN 17210 - Einsatzstähle			
1.0401	C 15 K	1015	Flansche
DIN-EN 10083-2 - Vergütungsstähle			
1.0402	C 22	1020	Flansche
DIN-EN 10084 - Einsatzstähle			
1.1141	CK 15 / C 15 E	1017	Flansche
DIN-EN 10083-1 - Vergütungsstähle			
1.1181	CK 35 / C 35 E	1035	Flansche

Tabelle 6.1b: Stahlwerkstoffe, niederlegiert und unlegiert

	Aluminum Knetlegierungen			
Norm / Werkstoff Nr.	Werstoffkurzname	Norm		u. a. verwendet für
alt: DIN 1725 T1		neu: EN 573-3	INAA	
3.0255.10	Al 99,5 w	EN-AW 1050A	AA 1050 1-0	Ultradichtscheiben
3.0615	Al Mg Si Pb	EN-AW 6012	AA 6012 ...	Blindflansche
3.0615.71	Al Mg Si Pb	EN-AW 6012	AA 6012-T6	
3.1655.53	Al Cu Bi Pb	EN-AW 2011	AA2011-T352	
3.2315.08	Al Mg Si 1	EN-AW 6082	AA 6082-F	Zentrierringe
3.2315.71	Al Mg Si 1	EN-AW 6082	AA 6082-T6	Flansche
3.2315.72	Al Mg Si 1	EN-AW 6063	AA 6063-T6	Zentrierringe
3.3308	Al 99,9 Mg 0,5	EN-AW 5210		Ultradichtscheiben

Tabelle 6.2a: Aluminiumwerkstoffe, Knetlegierungen

Aluminium Gußlegierungen				
Norm / Werkstoff Nr.	Werstoffkurzname	Norm		u. a. verwendet für
alt: DIN 1725 T2	neu: DIN-EN 17906	INAA		
3.2162.05	GD-Al Si 8 Cu 3	EN-AC 47100	AA 380.0	
3.2381.02	GK Al Si 10 Mg	EN-AC 43000 / 43001	AA 361.0	
3.2381.62	GK Al Si 10 Mg wa	EN-AC 43000 / 43001	AA 361.0	
3.2582.05	GD-Al Si 12	EN-AC 43400	160 X	
3.2982	GD-Al Si 12 Cu	EN-AC 47100		Spannringe

Tabelle 6.2b: Aluminiumwerkstoffe, Gußlegierungen

6.1.2 Dichtungen

6.1.2.1 Elastomerdichtungen

Dichtungswerkstoffe - Elastomere wie Metalle - können für ihre Anwendung in der Vakuumtechnik nicht nur nach ihrer Dichtheit, sondern müssen in vielen Fällen nach anderen Kriterien ausgewählt werden, wie Beständigkeit bei erhöhten Temperaturen und gegen bestimmte Medien. **Perbunan** zeichnet sich durch besonders hohe Heliumdichtheit aus, aber versprödet etwas schneller als Vitilan. Bei LEYBOLD VAKUUM sind die Aluminiumzentrierringe aller Flanschsysteme serienmäßig mit **Neopren** ausgerüstet. **Vitilan** (Viton) versprödet etwas langsamer als Perbunan, aber ist für Helium etwas durchlässiger als Perbunan. Vitilan gilt als „edlere Dichtung“, bei LEYBOLD VAKUUM sind die Edelstahlzentrieringe aller Flanschsysteme mit Vitilandichtungen ausgerüstet. Neopren ist für Helium noch etwas weniger dicht als Vitilan. **EPDM** ist schon sehr durchlässig für Helium, aber beständig für Hydraulik- und Bremsflüssigkeit. Silikonkautschuk zu guter Letzt ist besonders undicht, kann aber bis +250 °C eingesetzt werden.

In Abb. 6.5 ist für einige gängige Elastomerdichtungen der Verlauf der Permeation für Helium zusammengestellt. Die Messungen erfolgten an Nennweite 25 Dichtringen mit 2 bar He-Überdruck gegenüber Vakuum, wie aus der Skizze von Abb. 6.5 zu ersehen ist. Teflon (PTFE) wäre wegen seiner chemischen Resistenz als Dichtungsmaterial sehr willkommen, aber leider fließt es schon bei geringer Druckbelastung. In Sonderfällen werden glasfaserverstärkte Teflonwerkstoffe verwendet.

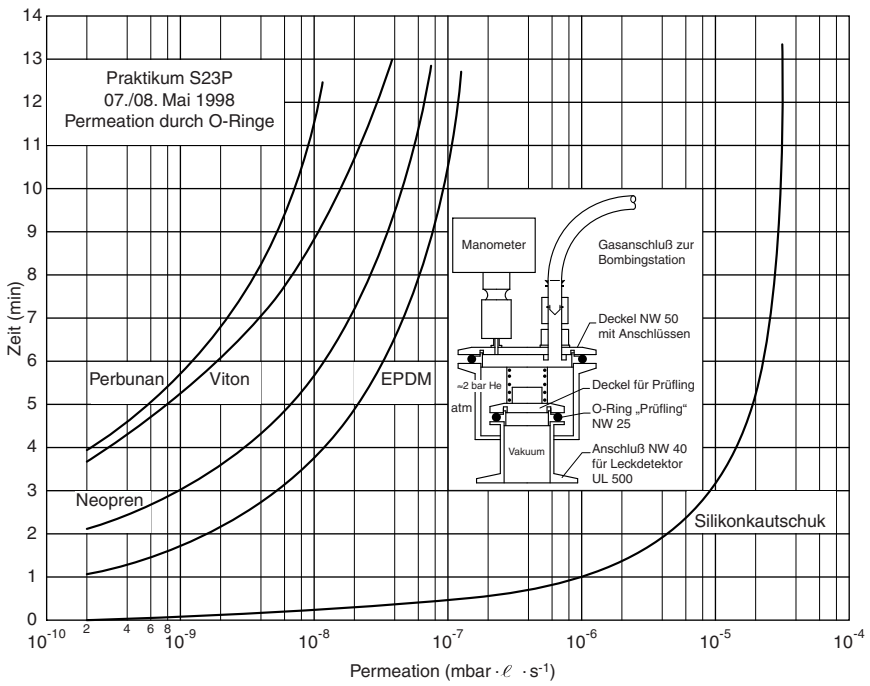


Abb. 6.5
Permeation durch verschiedene Dichtungen (O-Ringe)

Der Einbau von Elastomerdichtungen sollte möglichst ohne, zumindest aber unter äußerst sparsamer Anwendung von Vakuumfetten erfolgen. Tabelle 13.16f (Abschnitt 13) gibt eine Übersicht über die Eigenschaften von Vakuumfetten und -Ölen.

6.1.2.2 Metallische Dichtungen

Bei Verwendung von metallischen Dichtungen muß besonderes Augenmerk auf das gleichmäßige Anziehen der Schrauben gelegt werden. Dazu ist es empfehlenswert die Schrauben der Reihe nach z. B. im Uhr-

Nicht metallische Dichtungen				
Chemische Bezeichnung	Kurzbezeichnung nach ISO 1629	Beispiel für Handelsnamen	Temperaturbereich	Besonderheit
Acrylnitril-Butadien-Kautschuk	NBR	Perbunan	-30 °C bis + 80 °C	hohe Heliumdichtheit
Chlorbutadien-Kautschuk	CR	Neopren	-40 °C bis + 100 °C	
Flour-Kautschuk	FPM	Viton, Vitilan	-25 °C bis + 150 °C	
Äthylen-Propylen-Dien-Kautschuk	EPDM		-40 °C bis + 100 °C	Bremsflüssigkeit Hydraulikflüssigkeit (Gruppen HSC HSD)
(Phenyl-)Vinyl-Methyl-Polysiloxan	(PVMQ), VMQ	Silikonkautschuk	-60 °C bis +200 °C	geringe Heliumdichtheit
Polytetrafluoräthylen	PTFE	Teflon		fließt (ev. glasfaserverstärkt)

Tabelle 6.3a: Dichtungen, nichtmetallisch

Metallische Dichtungen				
Metall	Chemisches Symbol	Metall	maximale Ausheiztemperatur	Besonderheit
Aluminium	Al	Aluminium	+ 200 °C	
Kupfer	Cu	Kupfer	+ 450 °C	OFHC - Kupfer
Indium	In	Indium		Kryotechnik

Tabelle 6.3b: Dichtungen, metallisch

zeigersinn (nicht „über Kreuz“!) in mehreren Durchgängen schrittweise festzudrehen, bis das vorgeschriebene Drehmoment erreicht ist.

Aluminium kann als metallische Dichtung bei allen Flanschsystemen in Edelstahlausführung mit Ausnahme der CF-Flansche bei erhöhten Dichtheitsanforderungen verwendet werden, ist aber nur bis etwa +200 °C ausheizbar. Kupfer als OFHC-Kupfer ist das Standarddichtmaterial in der Ultrahochvakuumtechnik und in höheren Druckbereichen bei erhöhten Dichtheitsanforderungen (CF-Flaschsystem). Kupfergedichtete CF-Flansche sind bis 450 °C ausheizbar. Früher war Golddraht die bevorzugte UHV-Dichtung, wird aber heute kaum mehr eingesetzt. Indium ist ein besonders weiches Metall und wird vor allem für Dichtungen in der Kryotechnik verwendet.

Die Tabelle 6.3 gibt über Besonderheiten wie Beständigkeit gegen bestimmte Medien und Temperaturanwendungsbereiche der in der Vakuumtechnik zum Einsatz kommenden Dichtungswerkstoffe Auskunft.

6.2 Auswahl geeigneter Ventile

Die Vakuumtechnik stellt höchste Ansprüche an Funktion und Betriebssicherheit der Ventile, die oft an einer Anlage in großer Zahl benötigt werden. Diese Ansprüche sind nur dann zu erfüllen, wenn für jeden Anwendungsfall das hinsichtlich seiner Bauweise, Betätigungsart und Größe richtige Absperrorgan eingesetzt wird. Daneben sind für den Aufbau und die Arbeitsweise von Vakuumanlagen aber auch vakuuumtechnische Funktionswerte, wie Leitwerte und Dichtheit der Ventile, von großer Bedeutung.

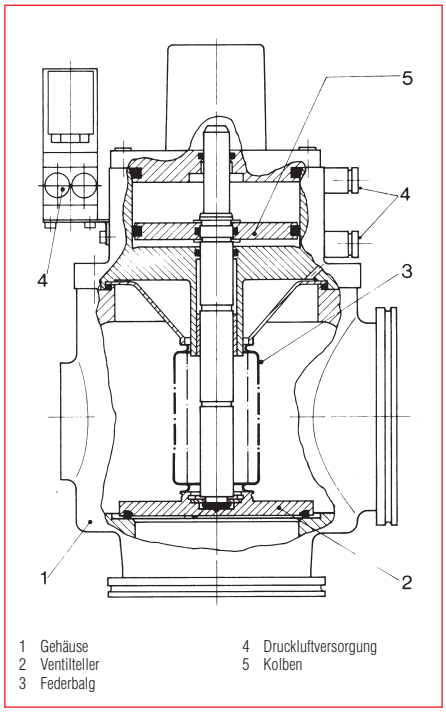
Um eine möglichst geringe Drosselung des Saugvermögens der Pumpe durch die Ventile zu erreichen, sind diese so konstruiert, daß ihr Leitwert bei maximaler Öffnung im Grob- und Feinvakuumbereich der gleiche ist wie bei entsprechenden Rohrbauteilen - im Falle eines Eckventils also gleich dem Leitwert eines Rohrbogens gleicher Nennweite und gleichen Eckmaßes. Der Leitwert der Ventile bei Molekularströmung, d.h. also im Hoch- und Ultrahochvakuum-Bereich, ist ebenfalls so hoch, daß keine nennenswerte Drosselung auftritt. Diese Leitwerte sind im LEYBOLD VAKUUM-Katalog, Teile C14 und C15 angegeben.

Den hohen Dichtheitsforderungen entsprechend, werden hochwertige Vakuumventile so konstruiert, daß bei der Betätigung keine Verschleppung von Gasmolekülen, die auf der Oberfläche des Ventilschaftes haften, von der Atmosphäre in das Vakuum erfolgen kann. Diese Ventile besitzen daher Metallfederbälge zur Abdichtung des Ventilschaftes gegen die Atmosphäre, oder sie sind vollständig gekapselt, d.h., es existieren zwischen Atmosphäre und Vakuum nur statische Dichtungen. Zur dieser Gruppe gehören alle Fein- und Hochvakuumventile mit Handbetätigung oder elektropneumatischem Antrieb (Abb. 6.6) und die Magnetventile (Abb. 6.7) von LEYBOLD. Die Leckraten dieser Ventile nach außen und am Ventilsitz sind kleiner als 10^{-9} mbar $\cdot \ell$/s.

Für spezielle, sehr hohe Ansprüche mit besonders häufigen und schnellen Schaltzyklen werden auch Ventile mit fettüberlagerten Abdichtungen gebaut, deren Leckrate ebenfalls höchstens 10^{-9} mbar $\cdot \ell$/s beträgt. Eine Sonderstellung nehmen hierbei allerdings Pendelschieber in Normalausführung ein. Sie können trotz einer fettüberlagerten Dichtung zwischen Vakuum und Atmosphäre hinsichtlich der Leckrate den hochwertigen federbalggedichteten Ventilen gleichgesetzt werden, weil die Antriebsachse in der Dichtung nur eine Drehbewegung ausführt und deshalb keine Gasverschleppung in den Vakuumraum stattfindet. Schieberventile werden von LEYBOLD nicht gefertigt.

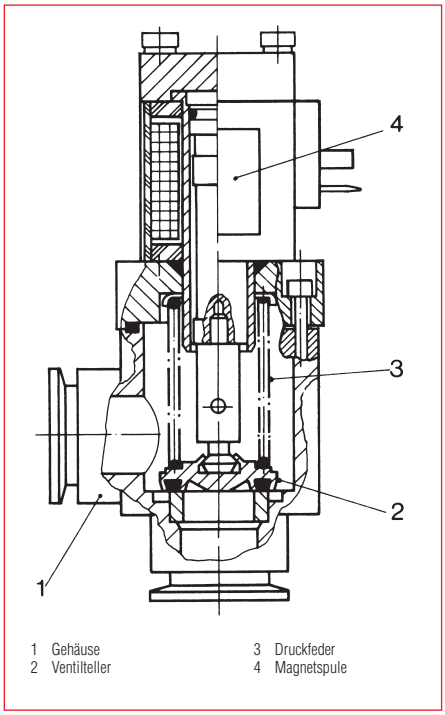
Für Arbeitsdrücke bis herab zu 10^{-7} mbar genügen die Ventile in ihrer Normalausführung, d.h. Dichtungen und Gehäusematerial sind aus Werkstoffen, bei denen die Permeation und die Gasabgabe der Oberfläche noch keine entscheidende Bedeutung für den Arbeitsprozeß besitzen.

Werden Drücke bis zu 10^{-9} mbar verlangt, sind meist Ausheizprozesse bis zu 200 °C notwendig. Diese Temperaturen verlangen sowohl wärmebeständige Dichtungen (Vitilan) als auch Materialien mit geringer Gasabgabe, hoher Festigkeit und guter Oberfläche. Für diese Zwecke werden Ventile in Edelstahlausführung eingesetzt. Flanschverbindungen können darüber hinaus mit Aluminiumdichtungen ausgerüstet werden, wobei die bei Elastomer-Dichtungen unvermeidlichen Permeationsraten entfallen. Im UHV-Bereich haben diese Fragen besondere Bedeutung, weshalb vorwiegend metallische Dichtungen eingesetzt werden müssen. Die an der Oberfläche der Werkstoffe haftenden Gasmoleküle gewinnen bei Drücken unter



1 Gehäuse
2 Ventilteller
3 Federbalg
4 Druckluftversorgung
5 Kolben

Abb. 6.6
Vakuum-Eckventil mit elektropneumatischem Antrieb



1 Gehäuse
2 Ventilteller
3 Druckfeder
4 Magnetspule

Abb. 6.7
Vakuum-Eckventil mit elektromagnetischem Antrieb

10^{-9} mbar sehr großen Einfluß, sie können in vertretbaren Zeiträumen nur durch gleichzeitiges Ausheizen abgepumpt werden. Ausheiztemperaturen bis zu 450 °C, die in der UHV-Technik angewendet werden müssen, stellen besondere Anforderungen an die Dichtwerkstoffe und die gesamte Dichtungsgeometrie. Als Dichtungen werden meist Kupfer oder Gold verwendet.

Die vielfältigen Einsatzgebiete verlangen Ventile mit verschiedenen Antriebsarten; neben handbetätigten Ventilen solche mit elektropneumatischem, magnetischem und – bei Dosierventilen – motorischem Antrieb. Die Variationsmöglichkeiten werden durch unterschiedliche Gehäuseausführungen noch erweitert. Neben verschiedenartigen Werkstoffen werden Eck- und Durchgangsventile angeboten. Der Nennweite und dem Einsatzbereich entsprechend sind die Anschlußflansche als Kleinflansche (KF), Klammerflansche (ISO-K), Festflansche (ISO-F) oder UHV-Flansche (CF) ausgebildet.

Neben den Vakuumventilen, die reine Absperrfunktionen in einem Vakuumsystem besitzen, gibt es auch eine Reihe von Ventilen, die für spezielle Verwendungszwecke gebaut werden. Zu dieser Gruppe gehören z. B. die Dosierventile, deren Palette den Dosierbereich von 10^{-10} cm³/s (NTP) bis zu $1{,}6 \cdot 10^{3}$ cm³/s (NTP) abdeckt. Sie können, mit einem motorischen Antrieb versehen, ferngesteuert werden und in Verbindung mit einem Druckmeßgerät gewünschte Verfahrensdrücke einstellen und halten.

Andere Spezialventile haben Sicherheitsfunktionen; sie dienen zum schnellen, automatischen Absperren von Diffusionspumpen oder Vakuumanlagen bei Stromausfall. In diese Gruppe gehören zum Beispiel die SECUVAC Ventile, die bei Stromausfall die Vakuumanlage gegenüber dem Pumpsystem absperren und das Vorvakuumpumpsystem belüften. Das Vakuumsystem wird nach Wiedereinsetzen der Stromversorgung erst dann freigegeben, wenn ein gewisser Mindestdruck erreicht ist (ca. 200 mbar).

Beim Auftreten von aggressiven Gasen oder Dämpfen in Verfahrensabläufen werden im allgemeinen Ventile in Edelstahlausführung mit Vitilandichtungen eingesetzt. Für die Kernverfahrenstechnik sind Ventile mit speziellen Elastomer- oder Metalldichtwerkstoffen entwickelt worden. Über ihre Anwendungsbereiche und Ausführungsformen unterrichten wir Sie auf Anfrage.

6.3 Gasschleusen und Verschußventile

In vielen Fällen ist es wünschenswert, evakuierte oder mit Gas gefüllte Behälter nicht nur dicht verschließen zu können, sondern auch die Möglichkeit zu haben, den Druck / das Vakuum in diesen Behältern zu einem späteren Zeitpunkt zu überprüfen und eventuell nachzuevakuieren bzw. die Gasfüllung zu ergänzen oder auswechseln zu können.

Dies kann besonders einfach durch ein Verschlußventil von LEYBOLD erreicht werden, das über eine zugehörige Gasschleuse betätigt wird: Der Kleinflanschanschluß des evakuierten oder gasgefüllten Behälters wird durch ein kleines Verschlußstück, welche das eigentliche Ventil bildet, innerhalb des Rohransatzes hermetisch verschlossen. Die zur Betätigung erforderliche Gasschleuse wird nach der Evakuierung oder Gasfüllung vom Kleinflansch abgenommen. Somit genügt eine Gasschleuse zur Betätigung von unbegrenzt vielen Verschlußventilen. Die Abb. 6.8 zeigt die Schnittzeichnung einer solchen Anordnung. Gasschleusen und Verschlußventile werden von LEYBOLD in den Nennweiten DN 16 KF, DN 25 KF und DN 40 KF hergestellt und sind aus Edelstahl. Die Leckrate der Verschlußventile ist kleiner $1 \cdot 10^{-9}$ mbar $\cdot \ell$/s; sie sind überdruckbeständig bis 2,5 bar, temperaturbeständig bis 150 °C, und können gegen Verschmutzung mit einem Standard-Blindflansch abgesichert werden.

Ein typisches Anwendungsbeispiel sind doppelwandige Behälter mit Isoliervakuum wie Dewargefäße, Flüssiggas-(Tankwagen) behälter oder Fernwärme-Rohrleitungen etc. Aber auch für das Evakuieren bzw. Nachevakuieren von Referenz- und Stützvakua an wissenschaftlichen Geräten werden gerne Verschußventile mit Gasschleusen verwendet. Bislang war es erforderlich, ständig eine Pumpe angeschlossen zu haben, um gegebenenfalls nachevakuieren zu können. Durch den Einsatz von Gasschleusen mit Verschlußventilen wird der Behälter vakuumdicht verschlossen und die Pumpe wird nur noch gelegentlich zum Überprüfen bzw. Nachevakuieren benötigt.

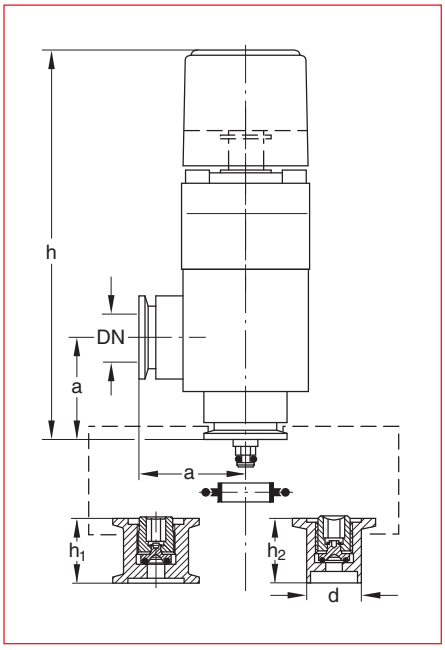


Abb. 6.8a
Gasschleuse mit Zentrierring und Verschußventil, Schnittzeichnung

Abb. 6.8b
Gasschleuse mit Zentrierring und Verschußventil, Photo

7 Das Messen niedriger Drücke, Drucküberwachung, Drucksteuerung und Druckregelung

Der heute der Messung zugängliche Druckbereich des Vakuums erstreckt sich von 1013 mbar bis 10^{-12} mbar, also über 15 Zehnerpotenzen. Diese enorme Dynamik wird in der Analogiebetrachtung von Vakuumdruckmessung und Längenmessung besonders deutlich, die in Tabelle 7.1 dargestellt ist.

Analogiebetrachtung		
Erfassung durch	Absolutdruck	Länge
Erfahrungswelt des Menschen	1 bar	1 m
einfache Meßmittel	> 1 mbar	> 1 mm
mechanische Meßmittel	> 10^{-3} mbar	> 1 µm
indirekte Verfahren	10^{-9} mbar	≈ 1/100 Atom ∅
extreme indirekte Verfahren	10^{-12} mbar	≈ 0,18 Elektronen ∅

Tabelle 7.1

Zur Messung in diesem weiten Druckbereich dienen Meßgeräte, die als Vakuummeter bezeichnet werden. Da es aus physikalischen Gründen unmöglich ist, ein Vakuummeter zu bauen, mit dem man im gesamten Vakuumbereich quantitativ messen kann, stehen zur Überdeckung des Gesamtbereiches eine Reihe von Vakuummetern zur Verfügung, von denen jedes einen charakteristischen Meßbereich besitzt, der sich meist über einige Zehnerpotenzen erstreckt (siehe Abb. 13.16a). Um den einzelnen Vakuummetertypen möglichst große Meßbereiche zuordnen zu können, wird in Kauf genommen, daß die Meßunsicherheit an den oberen und unteren Bereichsgrenzen OG und UG sehr stark – mitunter bis auf 100% – ansteigt. Dieser Zusammenhang ist in Abb. 7.1 am Beispiel des Reibungsvakuummeters VISCOVAC dargestellt. Man muß also zwischen Meßbereich wie im Katalog angegeben und dem „bevorzugtem Einsatzbereich" unterscheiden. Die Meßbereiche der einzelnen Vakuummeter sind nach oben und unten durch physikalische Effekte begrenzt.

7.1 Grundsätzliches zum Messen niedriger Drücke

Vakuummeter sind Geräte zum Messen von Gasdrücken unterhalb des Atmosphärendruckes (DIN 28400, Teil 3, 1992). In vielen Fällen ist die Druckanzeige gasartabhängig. Bei Kompressions-Vakuummetern ist zu beachten, daß bei Vorhandensein von Dämpfen durch die Kompression Kondensation eintreten kann, wodurch die Druckanzeige verfälscht wird. Kompressions-Vakuummeter messen die Summe der Partialdrücke aller bei der Messung nicht kondensierenden Gaskomponenten. Bei mechanisch verdichtenden Pumpen kann auf diese Weise der Partial-Enddruck gemessen werden (siehe Abschnitt 1.6.1). Eine andere Möglichkeit diesen Druck zu messen, ist die kondensierbaren Anteile in einer LN_2-Kühlfalle auszufrieren. Die exakte Messung von Partialdrücken bestimmter Gase oder Dämpfe erfolgt mit Hilfe von Partialdruck-Meßgeräten (siehe Abschnitt 8), die auf massenspektrometrischer Grundlage arbeiten.

Gasartabhänigkeit der Druckanzeige
Bei Vakuummetern haben wir zu unterscheiden zwischen:

1. Geräten, die den **Druck** definitionsgemäß als **Kraft, die auf eine Fläche wirkt**, messen, den sogenannten **direkten** oder **absoluten Vakuummetern**. Diese Kraft, welche die Teilchen bei ihren Stößen auf die Wand ausüben, ist nach der kinetischen Gastheorie nur von der Zahl der Gasteilchen pro Volumeneinheit (Teilchenanzahldichte n) und ihrer Temperatur abhängig, nicht jedoch von ihrer molaren Masse. Die **Anzeige ist gasartunabhängig**. Hierher gehören Flüßigkeits-Vakuummeter und mechanische Vakuummeter.
2. Geräten mit **indirekter Druckmessung**. Bei diesen wird der Druck als Funktion einer druckabhängigen (genauer: dichteabhängigen) Eigenschaft (Wärmeleitfähigkeit, Ionisierungswahrscheinlichkeit, elektrische Leitfähigkeit) des Gases ermittelt. Diese Eigenschaften sind außer vom Druck auch von der molaren Masse der Gase abhängig. Die **Anzeige ist gasartabhängig**.

Die Skalen dieser Druckmeßgeräte beziehen sich stets auf Luft oder Stickstoff als Meßgas. Für andere Gase oder Dämpfe müssen – meist auf Luft oder Stickstoff bezogene – Korrekturfaktoren angegeben werden (siehe Tabelle 7.3). Daraus folgt, daß zum genauen Druckmessen mit indirekt messenden Vakuummetern, welche die Teilchenanzahldichte durch Zufuhr elektrischer Energie bestimmen (indirekte Druckmessung), die Kenntnis der Gaszusammensetzung wichtig ist. In der Praxis ist die Gaszusammensetzung meist nur in grober Näherung bekannt. Vielfach genügt es aber zu wissen, ob in dem Gasgemisch, dessen Druck gemessen werden soll, vorwiegend leichte oder schwere Moleküle vorhanden sind (z. B. Wasserstoff bzw. Treibdampfmoleküle).

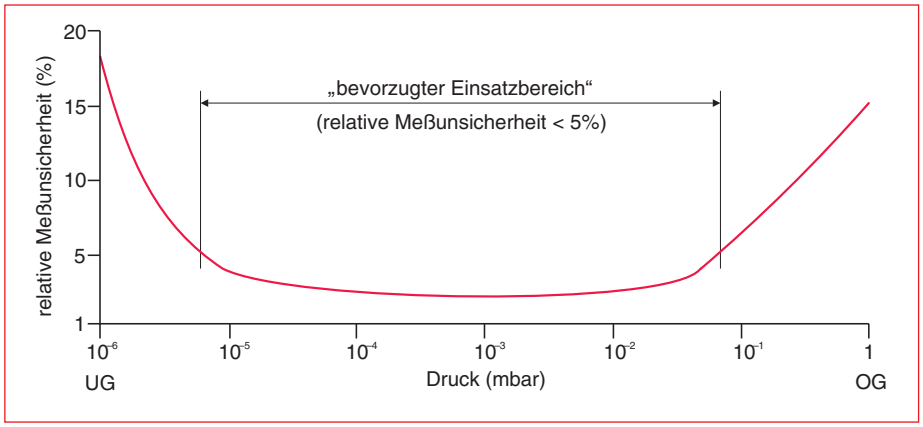


Abb. 7.1
Meßunsicherheitsverteilung über den Meßbereich: VISCOVAC

Beispiel: Wird mit einem Ionisations-Vakuummeter der Druck eines Gases gemessen, das im wesentlichen aus Treibmittelmolekülen besteht, so ist die für Luft oder N_2 geltende Druckanzeige – gemäß Tabelle 7.3 – etwa um den Faktor 10 zu hoch.

Die Messung von Drücken im Grobvakuum-Bereich läßt sich durch Vakuummeter mit direkter Druckmessung relativ genau durchführen. Die Messung niedrigerer Drücke dagegen ist fast immer mit einer Reihe prinzipieller Fehler behaftet, welche die Meßgenauigkeit von vornherein begrenzen, so daß sie in keiner Weise mit der sonst in der Meßtechnik üblichen Meßgenauigkeit verglichen werden kann. Schon um im Fein- und Hochvakuum-Bereich eine Druckmessung mit einer Meßunsicherheit kleiner als 50% durchzuführen, ist eine erhöhte Sorgfalt des Experimentators notwendig. Druckmessungen, die bis auf wenige Prozent genau sein sollen, erfordern einen großen Aufwand und im allgemeinen die Anwendung spezieller Meßinstrumente. Dies gilt in besonderem Maße für alle Druckmessungen im Ultrahochvakuumbereich ($p < 10^{-7}$ mbar).

Will man eine Aussage über einen von einem Vakuummeter angezeigten Druck machen, so hat man in erster Linie darauf zu achten, an welcher Stelle und in welcher Weise das Meßsystem angeschlossen ist. In allen Druckgebieten, in denen laminare Strömungen vorherrschend sind ($1013 > p > 10^{-1}$ mbar), hat man das beim Auspumpen sich einstellende Druckgefälle zu beachten. Unmittelbar vor der Pumpe (vom Rezipienten aus gesehen) stellt sich ein niedrigerer Druck ein als im Behälter. Selbst Bauteile hohen Leitwertes können ein solches Druckgefälle bewirken. Schließlich darf der Leitwert der Verbindungsleitung zwischen Vakuumsystem und Meßsystem nicht zu klein sein, weil diese sonst im Druckgebiet laminarer Strömung zu langsam leergepumpt wird, so daß ein zu hoher Druck angezeigt wird.

Im Hoch- und Ultrahochvakuum liegen die Verhältnisse komplizierter. Hier kann den jeweiligen Einbauverhältnissen entsprechend, durch Gasabgabe der Meßröhrenwände oder bei ungenügendem Ausheizen des Meßsystems ein zu hoher Druck oder auch – bei sehr gut ausgeheizter Meßröhre – ein zu niedriger Druck angezeigt werden. Im Gebiet des Hoch- und Ultrahochvakuums kann der Druckausgleich zwischen Vakuumsystem und Meßröhre sehr lange dauern. Wenn möglich wird man sogenannte Einbaumeßsysteme verwenden. Diese werden ohne Verbindungsleitung und ohne umgebenden Glaskolben direkt in das Vakuumsystem eingeführt und mit dem Basisflansch daran befestigt. Die Beeinflussung der Druckmessung durch den Meßvorgang selbst muß stets besonders beachtet werden. So können in Ionisations-Vakuummetern, die mit heißer Kathode arbeiten, Gasteilchen, insbesondere die der höheren Kohlenwasserstoffe, thermisch zersetzt werden. Dadurch ändert sich die Gaszusammensetzung. Derartige Effekte spielen vor allem bei der Druckmessung im Ultrahochvakuum eine Rolle. Das gleiche gilt für die in Ionisations-Vakuummetern, insbesonders in Penning-Vakuummetern, auftretende Gasaufzehrung, die größenordnungsmäßig 10^{-2} bis 10^{-1} ℓ/s beträgt. Auch Verschmutzung des Meßsystems, elektrische und magnetische Fremdfelder, Isolationsfehler und unzulässig hohe Umgebungstemperaturen verfälschen die Druckmessung. Wie sich diese grundsätzlich vermeidbaren Fehler auswirken und welche Abhilfen erforderlich sind, ist bei der Besprechung der einzelnen Meßsysteme angegeben und im Abschnitt 12.4 noch einmal zusammengefaßt.

Auswahl der Druckmeßgeräte

Bei der Auswahl des geeigneten Meßinstrumentes für eine Druckmessung ist nicht nur der gewünschte Druckbereich entscheidend. Auch die Betriebsbedingungen, bei denen das Gerät arbeiten soll, spielen eine große Rolle. Soll unter schwierigen Betriebsbedingungen gemessen werden, d. h. besteht eine erhöhte Verschmutzungsgefahr, sind Erschütterungen der Röhre nicht auszuschließen, Lufteinbrüche zu erwarten usw., so muß das Meßinstrument robust sein. In industriellen Anlagen werden Feder- und Membran-Vakuummeter, Wärmeleitungs-Vakuummeter, Glühkathoden-Ionisations-Vakuummeter und Penning-Vakuummeter verwendet. Einige dieser Meßgeräte sind empfindlich gegen rauhe Betriebsbedingungen. Sie sollen und können nur dann mit Erfolg verwendet werden, wenn die oben genannten Fehlerquellen soweit wie möglich ausgeschaltet und die Meßhinweise beachtet werden.

7.2 Vakuummeter mit gasartunabhängiger Druckanzeige

Mechanische Vakuummeter messen den Druck direkt durch Registrierung der Kraft, welche die Teilchen (Moleküle und Atome) in einem gasgefüllten Raum auf Grund ihrer thermischen Geschwindigkeit beim Aufprall auf eine Fläche ausüben.

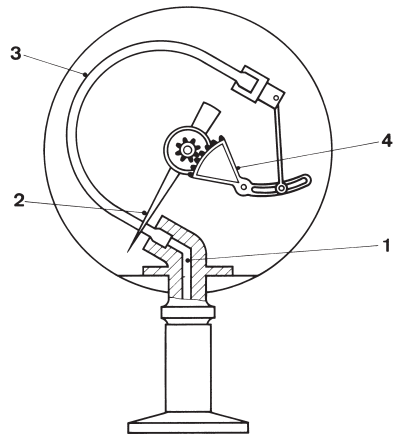
7.2.1 Feder-Vakuummeter

Das Innere eines kreisförmig gebogenen Rohres, des „Bourdonrohres“ (3) wird an den zu evakuierenden Behälter angeschlossen (Abb. 7.2). Durch die Wirkung des äußeren Luftdruckes wird das Ende des Rohres beim Evakuieren mehr oder weniger gebogen. Dadurch wird das dort angreifende Zeigerwerk (4) und (2) betätigt. Die Skala ist linear. Da die Druckanzeige vom äußeren Luftdruck abhängig ist, ist die Anzeige nur auf etwa 10 mbar genau, sofern die Veränderung des Luftdrucks nicht korrigiert wird.

7.2.2 Membran-Vakuummeter

7.2.2.1 Kapselfeder-Vakuummeter

Die bekannteste Ausführung eines Membran-Vakuummeters ist das Barometer mit einer Aneroid-Dose als Meßsystem. Es enthält eine hermetisch verschlossene, evakuierte dünnwandige Membran-Dose mit einer Membran aus einer Kupfer-Beryl-



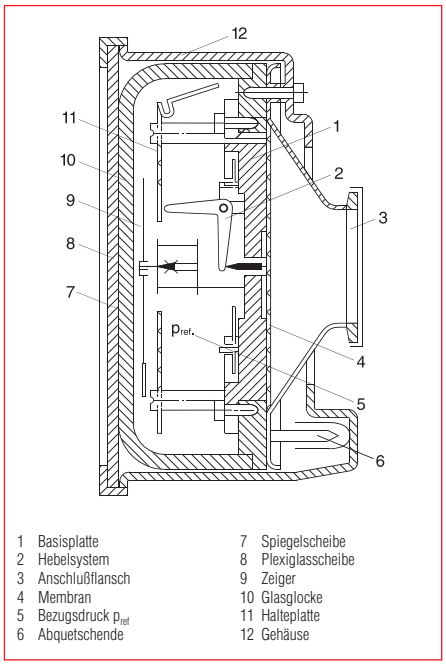
1 Verbindungsrohr zum Anschlußflansch
2 Zeiger
3 Bourdon-Rohr
4 Hebelsystem

Abb. 7.2
Schnittzeichnug eines Bourdon-Federvakuummeters

lium-Legierung. Der eigentliche Kraftmesser der Aneroid-Dose ist jedoch nicht die Membran selbst, sondern eine Spiralfeder im Inneren der Dose.
Beim ähnlich aufgebautem **Kapselfeder-Vakuummeter** wird eine aus zwei Membranen gebildete Kapsel evakuiert und hermetisch verschlossen. Hier sind die Membranen selbst die Kraftmesser.
In beiden Fällen wird der Druck auf einer linearen Skala unabhängig vom äußeren Athmosphärendruck angezeigt.

7.2.2.2 DIAVAC Membran-Vakuummeter

Häufig ist unterhalb 50 mbar eine möglichst genaue Druckanzeige erwünscht. Hierzu ist ein anderes Membran-Vakuummeter, das DIAVAC, geeignet, weil dessen Druckskala zwischen 1 und 100 mbar stark gespreizt ist. Der Teil des Innenraumes, in dem sich das Hebelsystem (2) des Meßkopfes befindet (siehe Abb. 7.3a), ist auf einen Bezugsdruck p_{ref} von weniger als 10^{-3} mbar evakuiert. Den Abschluß gegen den Rezipienten bildet eine tellerförmige Membran (4) aus Edelstahl. Solange der Rezipient nicht evakuiert ist, wird diese Membran fest gegen die Wand (1) gedrückt. Mit zunehmender Evakuierung wird die Differenz zwischen dem zu messenden Druck p_x und dem Vergleichsdruck geringer. Die Membran biegt sich erst nur schwach, dann aber, unterhalb von 100 mbar, immer stärker durch. Auch beim DIAVAC wird die Membran-Durchbiegung auf einen Zeiger (9) übertragen. Dabei ist besonders der Meßbereich zwischen 1 und 20 mbar stark gedehnt und daher der Druck recht genau (auf etwa 0,3 mbar) erfaßbar (siehe Abb. 7.3b). Die Erschütterungsempfindlichkeit dieses Gerätes ist etwas größer als beim Kapselfeder-Vakuummeter.



1 Basisplatte
2 Hebelsystem
3 Anschlußflansch
4 Membran
5 Bezugsdruck p_{ref}
6 Abquetschende
7 Spiegelscheibe
8 Plexiglasscheibe
9 Zeiger
10 Glasglocke
11 Halteplatte
12 Gehäuse

Abb. 7.3a
Schnittzeichnung des Membran-Vakuummeters DIAVAC DV 1000

7.2.2.3 Präzisions-Membran-Vakuummeter

Eine wesentlich höhere Meßgenauigkeit als Kapselfeder-Vakuummeter und DIAVAC haben Präzisions-Membran-Vakuummeter. Diese ähneln in ihrem Aufbau dem Kapselfeder-Vakuummeter. Die Skala ist linear. Die Präzisionsausführung ist so weit getrieben, wie es der heutige Stand der Technik zuläßt. Man erhält so Geräte, die z. B. bei 20 mbar Vollausschlag die Messung von 10^{-1} mbar gestatten. Entsprechend der größeren Präzision ist auch die Erschütterungsempfindlichkeit größer.

Kapselfeder-Vakuummeter messen den Druck auf 10 mbar genau (wegen der linearen Skala ist die Genauigkeit bei kleinen Drücken am geringsten). Sollen nur Drücke unter 30 mbar gemessen werden, so ist das DIAVAC zu empfehlen, dessen Anzeige in diesem Bereichr wesentlich genauer ist. Für allerhöchste Genauigkeitsansprüche sollten aber die Präzisions-Membran-Vakuummeter verwendet werden. Da diese eine lineare Skala haben, können – wenn kleine Drücke genau gemessen werden sollen und aus diesem Grund z. B. ein Meßbereich bis 20 mbar gewählt wird – höhere Drücke nicht mehr gemessen werden. Alle mechanischen Vakuummeter sind mehr oder weniger erschütterungsempfindlich. Kleine Erschütterungen, wie sie z. B. beim direkten Anflanschen an eine Vorpumpe entstehen, schaden dagegen im allgemeinen nicht.

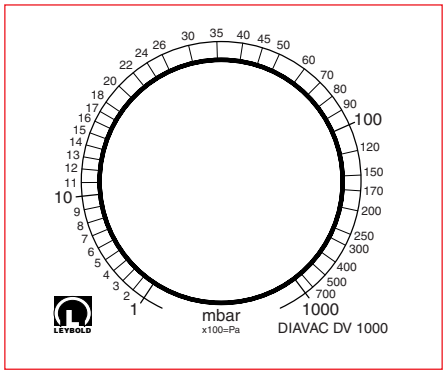


Abb. 7.3b
Skala des DIAVAC DV 1000

7.2.2.4 Druckschalter

Zahlreiche Anwendungen verlangen nur eine reine Schaltfunktion bei vorgegebenem Druck. Dafür stehen Druckschalter zur Verfügung; diese schalten nur - der Druck selbst kann am Druckschalter nicht abgelesen werden. Nach Bauart und Anwendung sind zwei Gruppen von Druckschaltern zu unterscheiden:

1) Schaltpunkt wenige mbar unter Atmosphärendruck, fest eingestellt
2) Schaltpunkt zwischen 1 mbar und Atmosphärendruck frei einstellbar

Die erste Gruppe wird vor allem als Sicherheitsschalter eingesetzt: Beispielsweise um zu verhindern, daß an Glimm- oder Hochspannungselektroden bei geöffnetem Rezipienten Hochspannung anliegt oder daß bei Belüften mit trockenem Gas (Argon, Stickstoff aus Gasflaschen) nach Erreichen von Atmosphärendruck und Öffnen des Rezipienten weiter Gas in die Umgebung ausströmt.
Die zweite Gruppe wird für Schaltfunktionen bei einem bestimmten, einstellbaren Druck eingesetzt z. B. um ein Rootsgebläse nach erreichen es zulässigen Einschaltdruckes zu starten.

Wegen der nötigen Einstellung / Justierung des Schaltdruckes im Grobvakuumbereich müssen diese Geräte deutlich aufwendiger

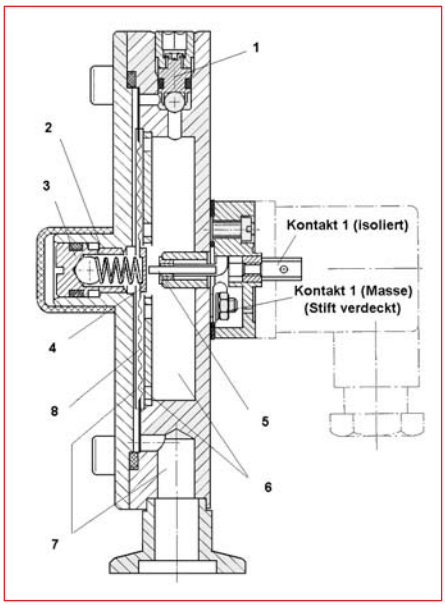


Abb. 7.4
Druckschalter PS 115

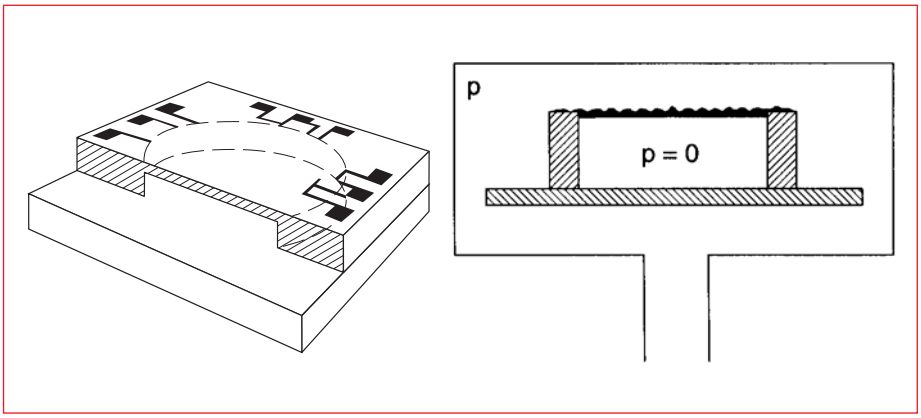


Abb. 7.5
Piezoelektrischer Sensor, (Prinzip)

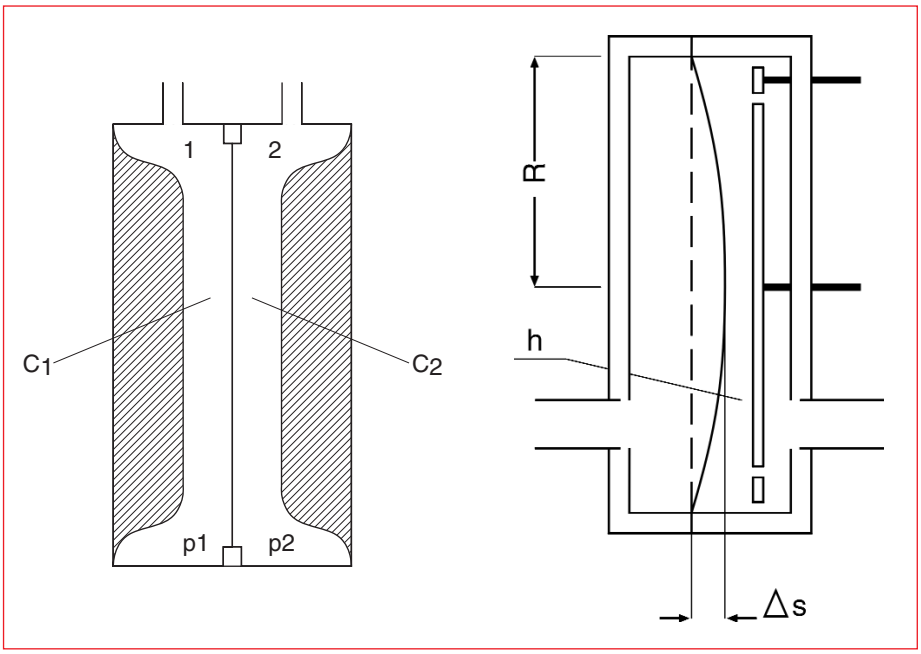


Abb. 7.6
Kapazitiver Sensor (Prinzip)

aufgebaut werden. Abb. 7.4 zeigt am Beispiel des PS 115 eine Ausführungsform. Durch Öffnen des Einstellventiles (1) kann eine Verbindung zwischen Meßraum (7) und Referenzraum (6) hergestellt werden. Dann wird der gewünschte Schaltdruck (mit einem anderen Vakuummeter gemessen) eingestellt und danach das Einstellventil geschlossen und damit der Referenzdruck gewissermaßen im Referenzraum „eingeschlossen“. Die genaue Justierung erfolgt durch Änderung der Membranvorspannung über die Stellschraube (3) und die Feder (2). Der elektrische Schaltkontakt entsteht bei Berührung von dem auf der Membrane (8) befestigten Schaltplättchen (4) mit dem festen Schaltstift (5).

7.2.2.5 Kapazitive Vakuummeter (auch: CDG's von Capacitance Diaphragm Gauges)

Die Auslenkung einer Membran kann auch als „Dehnung“ oder als Kapazitätsänderung elektrisch gemessen werden. Früher wurden vier Dehnungsmeßstreifen in einer Brückenschaltung auf eine Metallmembran aufgebracht, die bei Auslenkung der Membran, also bei Zugbelastung, ihren Widerstand ändern. Solche Geräte sind bei LEYBOLD unter dem Namen **MEMBRANOVAC** bekannt geworden. Später verwendete man Silizium-Membranen, die vier solche „Dehnungswiderstände“ direkt in ihrer Oberfläche enthalten. Die elektrische Anordnung war wieder eine Brückenschaltung, wobei an zwei gegenüberliegenden Eckpunkten ein konstanter Strom eingespeist wird und an den beiden anderen Eckpunkten ein druckproportionales, lineares Spannungssignal abgegriffen wird. Abb. 7.5 zeigt das Prinzip so einer Anordnung. Solche Geräte mit der Bezeichnung **PIEZOVAC** sind noch vielfach im Einsatz. Heute wird die Auslenkung der Membran als Kapazitätsänderung eines Plattenkondensators gemessen: Die eine Elektrode des Kondensators steht fest, die andere wird durch die Membran gebildet. Bei Auslenkung der Membran wird der Abstand zwischen den Elektroden und damit die Kapazität des Kondensators verändert (Abb. 7.6 zeigt das Prinzip dieser Anordnung). Man unterscheidet Sensoren mit metallischen und solche mit keramischen Membranen. Kapazitätsvakuummeter werden von Atmosphärendruck bis $1 \cdot 10^{-5}$ mbar eingesetzt. Um bei so kleinen Drücken noch eine ausreichende Durchbiegung der Membranen zu erreichen, werden für die verschiedenen Druckbereiche unterschiedlich steife (dicke) Membranen verwendet. Mit den Sensoren können jeweils vier (Spezifikationsbereich) bzw. drei (bervorzugter Einsatzbereich) Zehnerpotenzen des Druckes erfaßt werden, wobei wie in Tabelle 7.2 gezeigt immer die Dekade mit dem größten Druckwert namensgebend ist:

Sensor	Spezifikationsbereich	Bevorzugter Einsatzbereich
1000 mbar	1013 bis 10^{-1}	1013 bis 1
100	100 bis 10^{-2}	100 bis 10^{-1}
10	10 bis 10^{-3}	10 bis 10^{-2}
1	1 bis 10^{-4}	1 bis 10^{-3}
0,1	10^{-1} bis 10^{-5}	10^{-1} bis 10^{-4}

Tabelle 7.2
Einsatzbereiche kapazitiver Sensoren

Wenn die zu messenden Drücke diese Bereichsgrenzen überschreiten, empfiehlt es sich ein Mehrkanalgerät mit zwei oder drei Sensoren, eventuell mit automatischer Kanalumschaltung, einzusetzen. Das Kapazitätsvakuummeter stellt somit praktisch das einzige gasartunabhängige Absolutdruckmeßgerät für Drücke unter 1 mbar dar! Es gibt „einfache“ und thermostatisierte Sensoren. Bei den letzteren wird die Sensortemperatur bei etwa 45 °C thermostatisiert, um den Einfluß von Raumtemperaturschwankungen möglichst klein zu halten. Zum Erreichen einer konstanten Temperatur werden von diesen Sensoren etwa 45 Minuten „Anwärmzeit“ benötigt.
Von beiden Typen stehen je nach Werkstoff der Membran zwei Ausführungen zur Verfügung:

1) Sensoren mit keramischer Membran (Aluminiumoxyd)
2) Sensoren mit metallischer Membran (Inconel)

Abb. 7.7 zeigt den prinzipiellen Aufbau eines kapazitiven Sensors mit keramischer Membrane.

Eine Gegenüberstellung der Werkstoffeigenschaften zeigt deutliche Vorteile für die Sensoren mit keramischer Membranen, weil beim Aluminiumoxid gegenüber dem metallischen Werkstoff

- der Temperaturausdehnungskoeffizient um den Faktor 2 kleiner ist
- die Wärme(ab)leitung um den Faktor 2 besser ist
- die Oberfläche mikroskopisch ebener ist (gegenüber der gewalzten Metalloberfläche)
- die Keramikmembran eine ebene Platte ist (die Metallmembran wird bei der Fertigung über einen Ring gespannt und ist daher an den Rändern nicht wirklich eben
- z. B. bei einem 1 mbar Sensor die Membran 100 µm und damit etwa vier mal so dick ist, so daß kleine Ablagerungen (Verschmutzungen) geringere Fehler verursachen und
- stoßförmiges Belüften nicht so schnell zu bleibenden Schäden führt.

In jedem Fall empfiehlt sich stoßförmiges Belüften der empfindlichen Sensoren durch Schutzventile zu verhindern, die bei einer definierten Überschreitung der oberen Meßbereichsgrenze den Sensor vom Rezipienten abtrennen, so daß der Sensor unter Vakuum bleibt. Eine sehr langsame Belüftung - etwa innerhalb von ein bis zwei Stunden - vertragen die Sensoren aller Bauarten.

7.2.3 Flüssisigkeits- (Quecksilber-) Vakuummeter

7.2.3.1 U-Rohr-Vakuummeter

Die mit Quecksilber gefüllten U-Rohr-Vakuummeter sind zugleich die einfachsten und genauesten Druckmeßgeräte im Grobvakuum-Bereich (1013 bis einige mbar). Leider ist ihr Einsatz in technischen Betrieben infolge ihrer Größe und Bruchanfälligkeit nur beschränkt möglich (siehe jedoch 7.5.1).

In dem evakuierten Schenkel des U-förmigen Vakuummeters wird ein konstanter Druck aufrechterhalten, der dem Dampfdruck des Quecksilbers bei Zimmertemperatur entspricht (etwa 10^{-3} mbar). Der andere Schenkel wird mit dem Volumen verbunden, in dem der Gasdruck zu messen ist. Aus der Differenz der beiden Flüssigkeitsniveaus kann der zu messende Druck an der angebrachten mbar-Skala bestimmt werden. Die Anzeige ist unabhängig vom Atmosphärendruck.

7.2.3.2 Kompressions-Vakuummeter (nach McLeod)

Ein heute nur mehr selten benutzes Vakuummeter ist das von McLeod bereits 1874 entwickelte Kompressions-Vakuummeter. In seiner verfeinerten Bauart kann das Gerät zur absoluten Druckmessung im Hochvakuum-Bereich bis herab zu 10^{-5} mbar verwendet werden. Es wurde früher als Bezugsgerät häufig zum Kalibrieren von Feinvakuum-Meßgeräten, manchmal auch von Hochvakuum-Meßgeräten, verwendet. Allerdings waren bei derartigen Messungen zahlreiche Vorsichtsmaßregeln zu beachten, da sonst keine Aussage über die Meßgenauigkeit möglich war. Die Druckmessung erfolgt dadurch, daß eine Gasmenge, die zunächst ein großes Volumen einnimmt, durch Heben eines Quecksilberspiegels auf ein kleineres Volumen zusammengedrückt wird. Der auf diese Weise erhöhte Druck kann - nach Art des U-Rohr-Manometers - gemessen und aus ihm der ursprüngliche Druck berechnet werden (siehe nachstehende Gleichungen).

Nach der Art der Skaleneinteilung unterscheidet man zwei Formen von Kompressions-Vakuummetern: Solche mit linearer Skala (siehe Abb. 7.8a) und solche mit quadratischer Skala (siehe Abb. 7.8b). Bei den Kompressions-Vakuummetern nach McLeod mit linearer Skala muß für jede

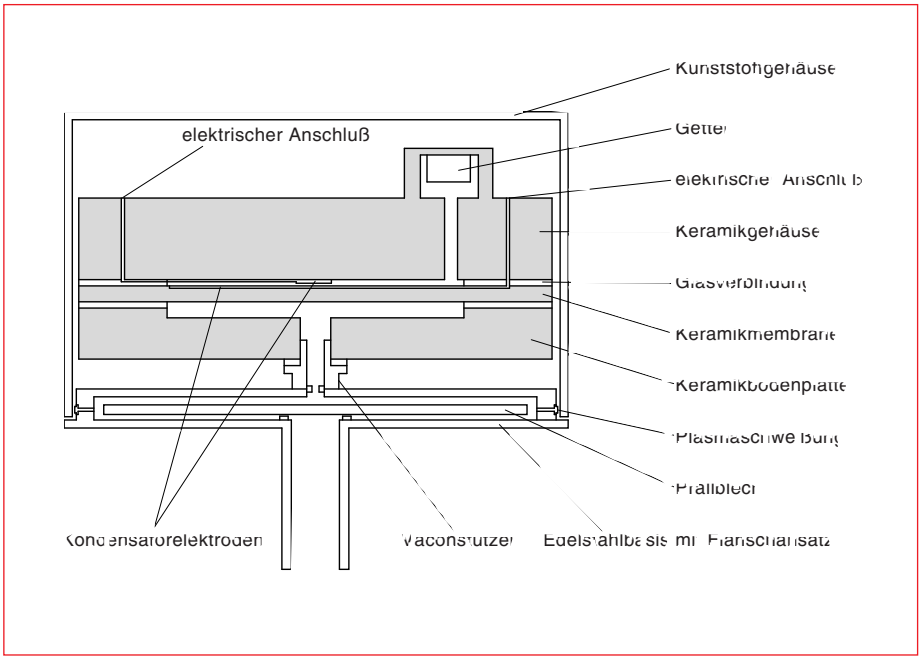


Abb. 7.7
Prinzipieller Aufbau eines kapazitiven Sensors mit Al_2O_3 Membrane

Steighöhe des Quecksilbers in der Meßkapillare das Verhältnis des verbleibenden Restvolumens V_c zum Gesamtvolumen V bekannt sein; dieses Verhältnis ist auf der mitgelieferten Skala aufgetragen. Bei den Kompressions-Vakuummetern mit quadratischer Skala müssen das Gesamtvolumen und der Kapillardurchmesser d bekannt sein.

Heute wird manchmal ein „verkürztes McLeod-Kompressions-Vakuummeter nach Kammerer“ zur Messung des **„Partial-Enddruckes“** von mechanisch verdichtenden Pumpen verwendet. Durch die hohe Kompression werden die kondensierbaren Gasanteile (Dämpfe) als Flüssigkeit ausgeschieden (das Volumen der gleichen Masse ist dann etwa um den Faktor 10^5 kleiner und kann bei der Messung vernachlässigt werden), so daß nur der Druck der permanent gasförmigen Anteile gemessen wird (daher auch der Ausdruck **Permanentgase**).

Meßprinzip der Kompressions-Vakuummeter

Wenn h der Niveauunterschied des Quecksilbers zwischen der Meß- und der Vergleichskapillare (in mm gemessen) ist, dann gilt nach dem Boyle-Mariotte Gesetz:

$$p \cdot V = (p + h) \cdot V_c \qquad (7.1)$$

$$p = h \cdot \frac{V_c}{V - V_c} \qquad (7.1a)$$

p gemessen in mm Quecksilbersäule (=Torr). Ist $V_c << V$, so gilt:

$$p = h \cdot \frac{V_c}{V} \qquad (7.1b)$$

V_c und V müssen bekannt sein, h wird abgelesen (lineare Skala).

An diesen Beziehungen ändert sich nichts, wenn der Niveauunterschied an einer in mbar geteilten Skala abgelesen wird. Man erhält dann p in mbar:

$$p = \frac{4}{3} \cdot h \cdot \frac{V_c}{V} \qquad \text{h in mm} \qquad (7.1c)$$

Wird beim Messen das Quecksilberniveau in der Meßkapillare immer so eingestellt, daß das Hg-Niveau in der Vergleichskapillare dem oberen Ende der Meßkapillare entspricht (s. Abb. 7.8a und b), so ist das Volumen V_c immer gegeben durch:

$$V_c = h \cdot \frac{\pi}{4} \cdot d^2 \qquad (7.1d)$$

h ....Niveauunterschied
d ....Innendurchmesser der Meßkapillare

Setzt man diesen Ausdruck für V_c in (7.1b), ein so ergibt sich

$$p = h^2 \cdot \frac{\pi}{4} \cdot \frac{d^2}{V} \qquad (7.1e)$$

also eine quadratische Skala, und zwar in mm (Torr), wenn d und V in mm bzw. mm^3 gemessen werden. Will man die Skala in mbar teilen, dann lautet die Beziehung:

$$p = h^2 \cdot \frac{\pi}{3} \cdot \frac{d^2}{V} \qquad (7.1f)$$

wobei h in mm
d in mm
V in mm^3

Kompressions-Vakuummeter gewährleisten eine Anzeige der Summe aller Partialdrücke der Permanentgase, vorausgesetzt, daß keine Dämpfe vorhanden sind, die beim Kompressionsvorgang kondensieren.

Der **Meßbereich** wird nach oben und unten durch das Maximal- bzw. Minimalverhältnis des Kapillarinhalts zum Gesamtvolumen begrenzt (s. Abb. 7.8a und b).

Die **Genauigkeit der Druckmessung** hängt stark von der Ablesegenauigkeit ab. Bei Nonius- und Spiegelablesungen können Druckmessungen mit einer Ablese-Genauigkeit von ±2 % durchgeführt werden. Im Bereich niedriger Drücke, wo h sehr klein wird, ist diese Genauigkeit nicht mehr erreichbar, vor allem weil sich am Kapillaren-Abschluß geringe geometrische Abweichungen sehr stark bemerkbar machen (systematischer Fehler).

Die Anwesenheit von Dämpfen, die beim Kompressionsvorgang kondensieren können, beeinflußt die Messung in oft undefinierter Weise. Man kann leicht kontrollieren, ob Dämpfe mit nicht vernachlässigbarem Dampfdruck vorhanden sind. Dies geschieht, indem man bei gleichbleibendem Druck unter Anwendung der linearen Skala verschiedene Höhen h in der Meßkapillare einstellt und danach p gemäß Gleichung 7.1b berechnet. Dabei muß sich, wenn keine Dämpfe vorhanden sind, oder nur solche, deren Dampfdruck bei Zimmertemperatur vernachlässigbar gering ist (wie z. B. Hg), für jedes h der gleiche Wert p ergeben.

Die Druckanzeige der Kompressions-Vakuummeter läßt sich aus den geometrischen Abmessungen berechnen. Sie wurden daher früher von amtlichen Kalibrierstellen als Drucknormale benützt (siehe Gleichung 7.5.1a).

7.3 Vakuummeter mit gasartabhängiger Druckanzeige

Diese Art von Vakuummetern mißt den Druck nicht direkt als flächenbezogene Kraft, sondern indirekt über andere physikalische Größen, die der Teilchenanzahldichte und damit dem Druck proportional sind. Zu den Vakuummetern mit gasartab-

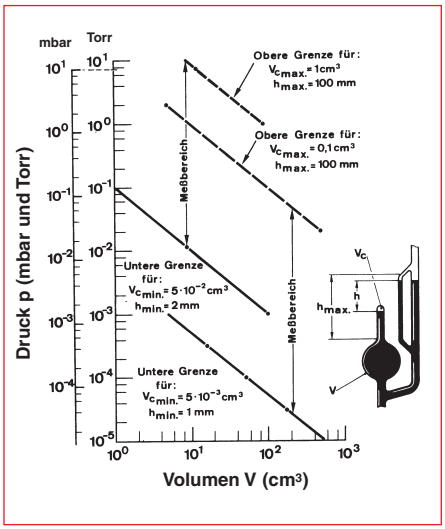


Abb. 7.8a
McLeod-Kompressions-Vakuummeter mit Lineare Skala (Gleichung 7.1b)

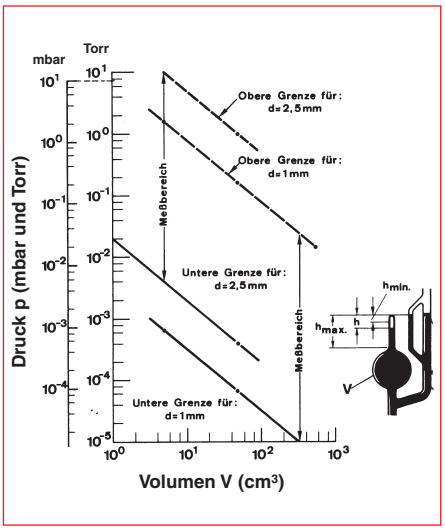


Abb. 7.8b
McLeod-Kompressionsvakuummeter mit Quadratischer Skala (Gleichung 7.1f)

hängiger Druckanzeige gehören: Das Reibungs-Vakuummeter (7.3.1), das Wärmeleitungs-Vakuummeter (7.3.2) und die Ionisations-Vakuummeter verschiedener Bauarten (7.3.3).

Die Geräte bestehen aus dem eigentlichen Meßwertaufnehmer (Meßkopf, Sensor) und dem zu dessen Betrieb erforderlichen Betriebsgerät. Die Druckskalen oder digitalen Anzeigen sind gewöhnlich auf Stickstoffdrücke bezogen; wenn der wahre Druck p_W eines Gases (oder Dampfes) bestimmt werden soll, muß der angezeigte Druck p_A mit einem für dieses Gas charakteristischen Faktor multipliziert werden. Diese Faktoren sind je nach Art der Geräte verschieden und werden entweder als druckunabhängige Faktoren tabellarisch angegeben (siehe Tabelle 7.3) oder sind im Falle der Druckabhängigkeit aus einem Diagramm zu ermitteln (siehe Abb. 7.11).

Allgemein gilt :

Wahrer Druck p_W =
= Angezeigter Druck p_A · Korrekturfaktor

Wenn der Druck auf einer „Stickstoffskala“ abgelesen aber nicht korrigiert wird, spricht man von „Stickstoffäquivalent“-Angaben.

Bei allen elektrischen Vakuummetern (dazu gehören mit Ausnahme der kapazitiven Vakuummetern alle gastartabhängigen Vakuummeter) hat die zunehmende Anwendung von Computern zu dem Wunsch geführt, die Druckanzeige unmittelbar auf dem Bildschirm, z. B. an passender Stelle, möglichst in einem Prozeß-Flußdiagramm einzublenden. Um möglichst einheitliche Computerschnittstellen verwenden zu können, werden sogenannte **Transmitter** (Signalwandler mit genormten Strom- oder Spannungsausgängen) anstelle von Sensor und Anzeigegerät gebaut. (z. B.: THERMOVAC-Transmitter, PENNIGVAC-Transmitter, IONIVAC-Transmitter, siehe Abschnitt 7.4)

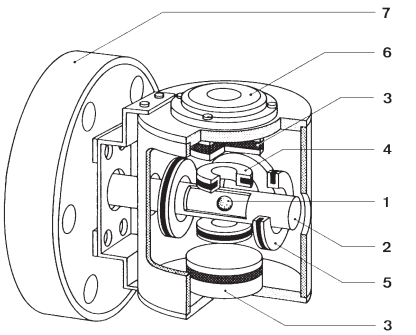
7.3.1 Reibungs-Vakuummeter (VISCOVAC)

Die bei niedrigen Gasdrücken druckabhängige Gasreibung kann zum Messen von Drücken im Fein- und Hochvakuum genutzt werden. In technischen Geräten dieser Art wird als Meßelement eine Stahlkugel von einigen Millimetern Durchmesser verwendet, die in einem Magnetfeld berührungsfrei aufgehängt ist (siehe Abb. 7.9). Die Kugel wird durch einen elektromagnetisches Drehfeld in Rotation versetzt: nach Erreichen einer Start-Drehzahl (etwa 425 Hz) wird die Kugel sich selbst überlassen. Dabei fällt die Drehzahl unter dem Einfluß der druckabhängigen Gasreibung je nach dem herrschenden Druck mehr oder weniger rasch ab. (Daher die englische Bezeichnung SRG = **S**pinning **R**otor **G**auge). Der Gasdruck wird aus der relativen Abnahme der Drehzahl f (Abbremsung) aus folgender Gleichung abgeleitet:

$$-f \cdot \frac{df}{dt} = \frac{10}{\pi} \cdot \frac{p \cdot \sigma}{\bar{c} \cdot r \cdot \rho} \qquad (7.2)$$

p = Gasdruck
r = Radius der Kugel
ρ = Dichte des Kugelmaterials
$\bar{c}$ = mittlere Geschwindigkeit der Gasteilchen, gasartabhängig
σ = Reibungskoeffizient der Kugel, gasartunabhängig, nahezu 1.

Solange man sich mit einer Meßunsicherheit von 3% begnügt, was in den meisten praktischen Fällen durchaus ausreichend ist, kann man $\sigma = 1$ setzen, so daß die Empfindlichkeit des Reibungs-Vakuummeters mit rotierender Stahlkugel lediglich durch die fundamental bestimmbare physikalische Größe der Kugel, nämlich durch das Produkt Radius x Dichte $r \cdot \rho$ (siehe Gleichung 7.2), gegeben ist. Eine einmal „kalibrierte“ Kugel ist als „Transferstandard“ – also als Bezugsgerät zum Kalibrieren anderer Vakuummeter durch Vergleich – geeignet und durch eine hohe



1 Kugel
2 Meßrohr, einseitig geschlossen, in den Anschlußflansch 7 eingeschweißt
3 Permanentmagnete
4 Stabilisierungsspulen
5 vier Antriebsspulen
6 Libelle
7 Anschlußflansch

Abb. 7.9
Schnitt durch den Meßkopf des Reibungs-Vakuummeters VISCOVAC VM 212

Langzeitstabilität ausgezeichnet. Messungen mit dem VISCOVAC sind aber durchaus nicht auf die Messung des Druckes beschränkt. Auch andere Größen der kinetischen Gastheorie wie mittlere freie Weglänge, Bedeckungszeit, Teilchenanzahldichte oder Flächenstoßrate können gemessen werden. Das Gerät erlaubt die Speicherung von 10 Programmen, zwischen denen man leicht umschalten kann. Die Meßzeit pro Abbremsungsvorgang liegt zwischen 5 Sekunden bei hohen Drücken und etwa 40 Sekunden bei niederen Drücken. Der Meßablauf des Gerätes wird vollautomatisch durch einen Mikroprozessor gesteuert, so daß nach jeder Messung (Abbremsung) ein neuer Wert angezeigt wird. Die Programme erlauben darüber hinaus nach einer vorher festgelegten Anzahl von Messungen eine Reihe von statistischen Größen (arithmetischer Mittelwert, Standardabweichung) zu berechnen.

Während beim VISCOVAC die kinetische Gastheorie das Abzählen der Teilchen direkt das Meßprinzip darstellt (Übertragen der Teilchenimpulse auf die rotierende Kugel, die dadurch abgebremst wird), wird bei anderen gasartabhängigen, elektrischen Meßmethoden die Teilchenanzahldichte indirekt über die von den Teilchen abtransportierte Wärmemenge (Wärmeleitungs-Vakuummeter) oder über die Anzahl der gebildeten Ionen (Ionisations-Vakuummeter) gemessen.

7.3.2 Wärmeleitungs-Vakuummeter

Die klassische Physik lehrt und bestätigt experimentell, daß die Wärmeleitfähigkeit eines ruhenden Gases bei höheren Drükken (Teilchenanzahldichten) $p > 1$ mbar unabhängig von Druck ist. Bei niedrigeren Drücken $p < 1$ mbar ist die Wärmeleitfähigkeit aber druckabhängig (ungefähr proportional $1/\sqrt{M}$); sie nimmt im Druckgebiet des Feinvakuums von ca. 1 mbar ausgehend druckproportional ab und erreicht im Hochvakuum den Wert Null. Diese Druckabhängigkeit wird im Wärmeleitungsvakuummeter genutzt und ermöglicht das genaue, allerdings gasartabhängige Messen von Drücken im Feinvakuum.

Das meistverbreitete Meßgerät dieser Art ist das Vakuummeter nach **Pirani**. Ein stromdurchflossener, auf etwa 100 bis 150 °C

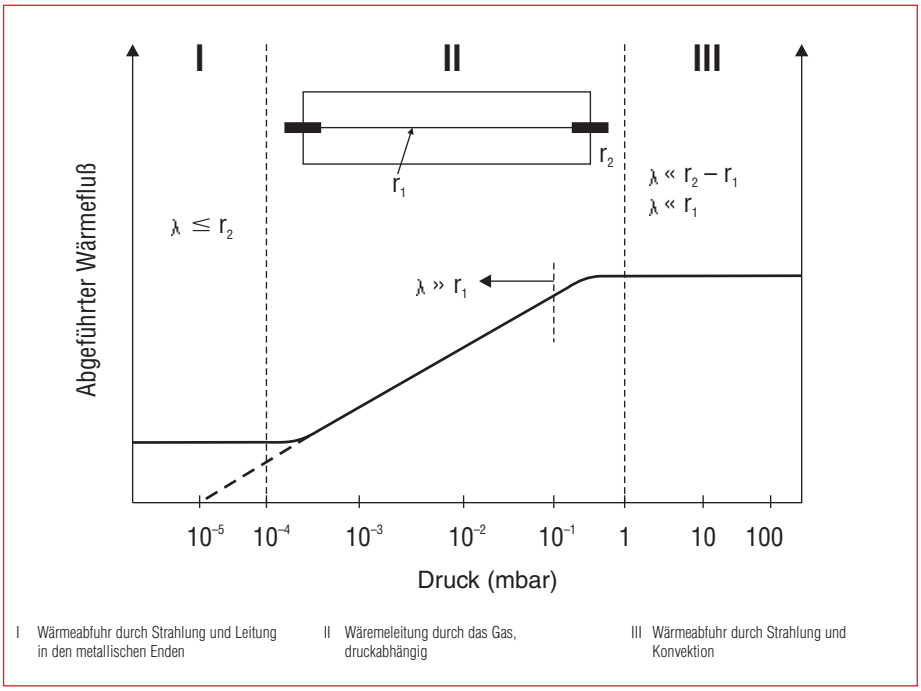


Abb. 7.10
Abhängigkeit des in einer Röhre (Radius r_2) von einem geheizten Draht (Radius r_1) bei konstanter Temperaturdifferenz abgeführten Wärmemenge vom Gasdruck (schematisch)

erhitzter, sehr dünner Draht (Abb. 7.10) mit dem Radius r_1, gibt die in ihm erzeugte Wärme durch Strahlung und durch Wärmeleitung an das den Draht umgebende Gas ab (außerdem natürlich auch an die Befestigungsvorrichtungen an den Drahtenden). Im Grobvakuum ist die Wärmeleitung durch die Gaskonvektion nahezu druckunabhängig (siehe Abb. 7.10). Kommt aber bei einigen mbar die mittlere freie Weglänge des Gases in die Größenordnung des Drahtdurchmessers, geht diese Art der Wärmeabfuhr mehr und mehr, und zwar dichte- und damit druckabhängig, zurück. Unterhalb 10^{-3} mbar liegt die mittlere freie Weglänge eines Gases bereits in der Größe des Radius r_2 der Meßröhre. Der Meßdraht in der Meßzelle bildet den Zweig einer Wheatstoneschen Brücke. Bei den früher üblichen **ungeregelten Wärmeleitungs-Vakuummetern THERMOTRON** wurde der Meßdraht mit konstantem Strom geheizt. Mit zunehmendem Gasdruck nimmt die Temperatur des Meßdrahtes infolge der höheren Wärmeableitung durch das Gas ab, so daß die Brücke nicht mehr abgeglichen bleibt, sondern verstimmt wird. Der Brückenstrom dient als Maß für den Gasdruck, der auf einer Meßskala angezeigt wird. Auch bei den heute fast ausschließlich gebauten **geregelten Wärmeleitungs-Vakuummetern** ist der Meßdraht ein Zweig einer Wheatstoneschen Brücke. Bei LEYBOLD sind sie als **THERMOVAC**-Serie bekannt. Die an dieser Brücke liegende Heizspannung wird so geregelt, daß der Widerstand und damit die Temperatur des Meßdrahtes unabhängig von der Wärmeabgabe konstant bleibt. Das bedeutet, daß die Brücke immer abgeglichen ist. Diese Regelung hat eine Zeitkonstante von wenigen Millisekunden, so daß die Geräte – im Gegensatz zu den ungeregelten – sehr schnell auf Druckänderungen reagieren. Die an der Brücke anliegende Spannung ist ein Maß für den Druck. Die Meßspannung wird elektronisch so korrigiert, daß sich eine annähernd logarithmische Skala über den ganzen Meßbereich ergibt. Geregelte Wärmeleitungs-Vakuummeter haben einen Anzeigebereich von 10^{-4} bis 1013 mbar. Durch die sehr kleine Einstellzeit eignen sie sich besonders zur Steuerung und für Drucküberwachungsaufgaben (siehe Abschnitt 7.6). Die Meßgenauigkeit ist in den verschiedenen Druckbereichen unterschiedlich. Der maximale Fehler beträgt, bezogen auf den Vollausschlag des Gerätes, etwa 1 bis 2%. Das entspricht im empfindlichsten Anzeigebereich, also zwischen 10^{-2} und 1 mbar etwa ±10% der Druckanzeige (bevorzugter Einsatzbereich). Außerhalb dieses Bereiches ist die Meßunsicherheit deutlich größer.

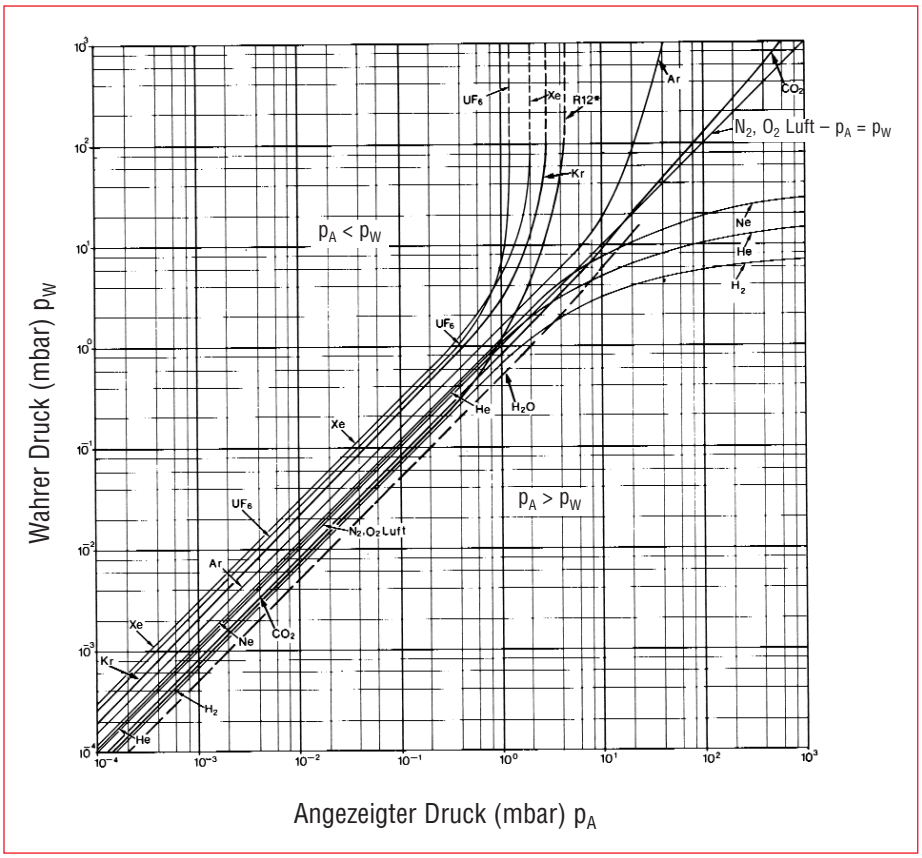


Abb. 7.11
Korrekturkurven von THERMOVAC-Meßgeräten für verschiedene Gase bezogen auf Stickstoffäquivalent-Anzeige

Wie bei allen gasartabhängigen Vakuummetern gelten auch bei Wärmeleitungs-Vakuummetern die Skalenangaben der Anzeigeinstrumente und Digitalanzeigen für Stickstoff und für Luft. Innerhalb der Fehlergrenzen kann bei der Druckmessung von Gasen mit ähnlicher molarer Masse, d. h. also von O_2, CO oder anderen, direkt abgelesen werden. Korrekturkurven für eine Reihe von Gasen sind in Abb. 7.11 angegeben.

Ein extremes Beispiel für die Diskrepanz zwischen wahrem Druck p_w und angezeigtem Druck p_a bei der Druckmessung wäre das Belüften einer Vakuumanlage mit Argon aus einem Druckzylinder zur Vermeidung von Feuchtigkeit (Pumpzeit!). Mit einem THERMOVAC als Druckmeßgerät würde man bei Erreichen von „Ar-Atmosphärendruck“ p_w gemäß Abb. 7.11 eine p_A-Anzeige von nur 40 mbar erhalten! – Argon würde u.U. aus dem Behälter entweichen (Deckel öffnet, Glocke hebt ab). Für solche und ähnliche Anwendungen sind gasartunabhängige Vakuummeter (Abschnitt 7.2) oder Druckschalter (Abschnitt 7.2.2.4) zu verwenden.

7.3.3 Ionisations-Vakuummeter

Ionisations-Vakuummeter sind die wichtigsten Meßgeräte zum Messen von Gasdrücken in den Bereichen Hoch- und Ultrahochvakuum. Sie messen den Druck über die druckproportionale Teilchenanzahldichte. In den Meßköpfen der Geräte wird das darin befindliche Gas, dessen Druck gemessen werden soll, mit Hilfe eines elektrischen Feldes teilweise ionisiert. Die Ionisation erfolgt durch Elektronen, die im elektrischen Feld beschleunigt werden und dabei genügend Energie erreichen, um bei einem Zusammenstoß mit Gasmolekülen positive Ionen zu bilden. Diese Ionen geben ihre Ladung an einer Meßelektrode (Ionenfänger, Kollektor) des Meßsystems wieder ab. Der so erzeugte Ionenstrom (genauer: der zur Neutralisierung dieser Ionen nötige Elektronenstrom in der Zuleitung der Meßelektrode) ist ein Maß für den Druck, denn die Ionenausbeute ist proportional der Teilchenanzahldichte und damit dem Druck.

Die Bildung der Ionen erfolgt entweder in einer Entladung bei hoher elektrischer Feldstärke (sogenannte Kaltkathoden-Entladung oder Penning-Entladung, siehe 7.3.3.1) oder durch Stoß mit Elektronen, die von einer Glühkathode emittiert werden (siehe 7.3.3.2).

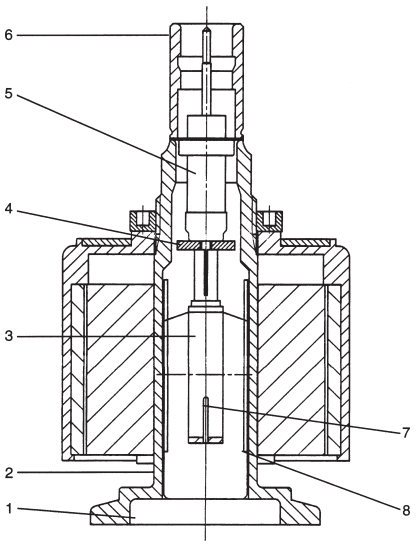
Bei sonst gleichbleibenden Bedingungen hängt die Ionenausbeute und damit der Ionenstrom von der Gasart ab, da sich manche Gase leichter ionisieren lassen als andere. Wie alle Vakuummeter mit gasartabhängiger Anzeige werden auch Ionisations-Vakuummeter mit Stickstoff als Referenzgas kalibriert (Stickstoffäquivalentdruck, siehe 7.3). Um den wahren Druck für andere Gase als Stickstoff zu erhalten, muß der abgelesene Druck mit dem für das betreffende Gas in Tabelle 7.3 angegebenen Korrekturfaktor multipliziert werden. Die in Tabelle 7.3 angegebenen Faktoren werden als druckunabhängig angenommen, sind aber etwas von der Geometrie des Elektrodensystems abhängig. Sie sind daher als Mittelwerte für verschiedene Ausführungen von Ionisations-Vakuummetern (siehe Abb. 7.16) anzusehen.

Bei Anwesenheit von vorwiegend (Gasart)	Korrekturfaktor bezogen auf N_2 (Stickstoff = 1)
He	6,9
Ne	4,35
Ar	0,83
Kr	0,59
Xe	0,33
Hg	0,303
H_2	2,4
CO	0,92
CO_2	0,69
CH_4	0,8
höhere Kohlenwasserstoffe	0,1 – 0,4

Tabelle 7.3
Korrekturfaktoren

7.3.3.1 Ionisations-Vakuummeter mit kalter Kathode (Penning-Vakuummeter)

Ionisations-Vakuummeter, die mit kalter Entladung arbeiten, nennt man Kaltkathoden- oder Penning-Vakuummeter. Der Entladungsvorgang in einer Meßröhre ist im Prinzip der gleiche wie im System einer Ionen-Zerstäuberpumpe (siehe Abschnitt 4.1.3). Allen Ausführungsformen der Kaltkathoden-Ionisations-Vakuummeter ist gemeinsam, daß diese lediglich zwei nicht beheizte Elektroden, Kathode und Anode, enthalten, zwischen denen mittels einer Gleichspannung (Größenordnung 2 kV) eine sogenannte kalte Entladung gezündet und aufrecht erhalten wird, die auch noch bei sehr niedrigen Drücken stationär brennt. Dies wird dadurch erreicht, daß mit Hilfe eines Magnetfeldes der Weg der Elektronen so lang gemacht wird, daß ihre Stoßrate mit Gasmolekülen hinreichend groß wird, um die zur Aufrechterhaltung der Entladung erforderliche Anzahl von Ladungsträgern zu bilden. Das Magnetfeld ist so angeordnet, daß die magnetischen Kraftlinien den elektrischen Kraftlinien überlagert sind. Dadurch werden die Elektronen auf ihrem Weg zur Kathode auf eine schraubenförmige Bahn gezwungen. Die hierbei durch Stoß erzeugten positiven und negativen Ladungsträger wandern zu den entsprechenden Elektroden und bilden den druckabhängigen Entladungsstrom, der auf einer Meßskala angezeigt wird. Die Anzeige in mbar ist von der Gasart abhängig. Die obere Grenze des Meßbereiches ist dadurch gegeben, daß bei Drücken oberhalb von einigen 10^{-2} mbar die Penning-Entladung in eine mit intensivem Leuchten verbundene Glimmentladung übergeht, deren Stromstärke – bei konstant gehaltener



1 Kleinflansch DN 25 KF; DN 40 KF
2 Gehäuse
3 Anodenring mit Zündstift
4 Keramikscheibe
5 Stromdurchführung
6 Anschlußbuchse
7 Anodenstift
8 Kathodenblech

Abb. 7.12
Schnittzeichnung der PENNINGVAC-Meßröhre PR 35

Spannung – vom Druck nur in geringem Maße abhängt und daher meßtechnisch nicht ausnutzbar ist. In allen Penning-Meßröhren ist die Gasaufzehrung – verglichen mit Ionisations-Vakuummetern, die mit heißer Kathode arbeiten – erheblich. Eine Penning-Meßröhre pumpt Gase, nach einem ähnlich Prinzip wie eine Ionen-Zerstäuberpumpe mit einem sehr kleinem Saugvermögen von $S \approx 10^{-2} \cdot \ell/s$. Auch hier werden die in der Entladung erzeugten Ionen auf die Kathode hin beschleunigt, wo sie teilweise festgehalten werden, zum Teil aber auch eine Zerstäubung des Kathodenmaterials hervorrufen. Das zerstäubte Kathodenmaterial wiederum bildet eine getternde Oberfläche auf den Wänden der Meßröhre. Trotz dieser Nachteile, die eine relativ hohe Ungenauigkeit der Druckanzeige (bis zu etwa ±50 %) verursachen, hat das Kaltkathoden-Ionisations-Vakuummeter drei besonders hervorstechende Vorteile:
Erstens ist es das preiswerteste aller Hochvakuum-Meßgeräte. Zweitens ist das Meßsystem unempfindlich gegen Lufteinbrüche und Erschütterungen und drittens ist das Gerät sehr einfach zu bedienen.

7.3.3.2 Ionisations-Vakuummeter mit Glühkathode

Darunter versteht man – im üblichen Sprachgebrauch – Meßsysteme die aus drei Elektroden (Kathode, Anode und Ionenfänger) bestehen, wobei die Kathode eine Glühkathode ist. Die Kathoden waren früher aus Wolfram und werden heute meist aus oxydbeschichtetem Iridium (Th_2O_3, Y_2O_3) gefertigt, um die Elektronenaustrittsarbeit herabzusetzen und sie gegen Sauerstoff widerstandsfähiger zu machen. Ionisations-Vakuummeter dieser Art arbeiten bei niedrigen Spannungen und ohne äußeres Magnetfeld. Die Glühkathode ist eine sehr ergiebige Elektronenquelle. Die Elektronen werden im elektrischen Feld (siehe Abb. 7.13) beschleunigt und nehmen aus dem Feld genügend Energie auf, um das Gas, in dem sich das Elektrodensystem befindet, zu ionisieren. Die gebildeten positiven Gasionen gelangen auf den bezüglich der Kathode negativen Ionenfänger und geben hier ihre Ladung ab. Der dadurch entstehende Ionenstrom ist ein Maß für die Gasdichte und damit für den Gasdruck. Ist i^- der aus der Glühkathode emittierte Elektronenstrom, so ist der im Meßsystem gebildete druckproportionale Ionenstrom i^+ gegeben durch:

$$i^+ = C \cdot i^- \cdot p \text{ und} \qquad (7.3)$$

$$p = \frac{i^+}{i^- \cdot C} \qquad (7.3a)$$

Die Größe C ist dabei die Vakuummeterkonstante des Meßsystems. Im allgemeinen beträgt diese für Stickstoff etwa 10 $mbar^{-1}$. Bei konstantem Elektronenstrom wird die Empfindlichkeit E einer Meßröhre als Quotient aus Ionenstrom und Druck angegeben. Bei einem Elektronenstrom von 1 mA und für C = 10 $mbar^{-1}$ beträgt demnach die Empfindlichkeit E der Meßröhre:

$$E = i^+ / p = C \cdot i^- = 10\ mbar^{-1} \cdot 1\ mA =$$
$$= 10\ mbar^{-1} \cdot 10^{-3}\ A = 1 \cdot 10^{-2}\ A/mbar.$$

Auch Ionisations-Vakuummeter mit Glühkathode zeigen Gasaufzehrung (Pumpwirkung), die allerdings beträchtlich geringer ist als bei Penning-Systemen und etwa $10^{-3}\ \ell/s$ beträgt. Diese Gasaufzehrung erfolgt im wesentlichen an der Glaswand der Meßröhre, in geringerem Maße am Ionenfänger. Hier nutzt die Verwendung von Einbaumeßsystemen, die sich leicht ausbauen lassen, da man auf einen äußeren Magneten keine Rücksicht nehmen braucht. Die obere Grenze des Meßbereichs der Ionisations-Vakuummeter liegt (von Sonderausführungen abgesehen) bei etwa 10^{-2} mbar. Sie wird im wesentlichen durch die bei höheren Drücken kürzere freie Weglänge bedingten Streuprozesse der Ionen an Gasmolekülen bestimmt (Die Ionen erreichen den Ionenfänger nicht mehr = geringere Ionenausbeute). Außerdem können sich bei höheren Drücken unkontrollierbare Glimm- oder auch Bogenentladungen

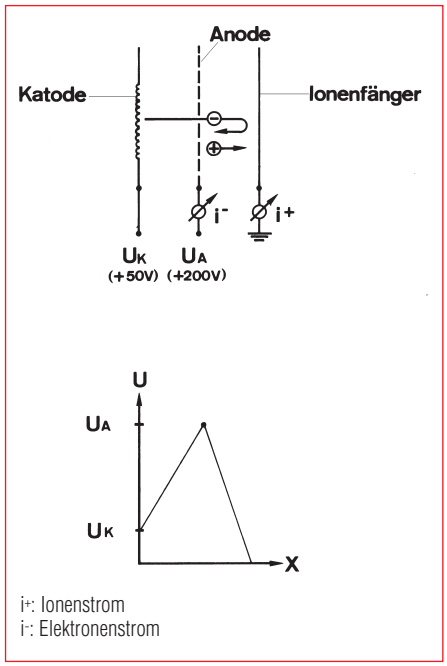


Abb. 7.13
Schematischer Aufbau und Potentialverlauf in einem Ionisations-Vakuummeter mit Glühkathode

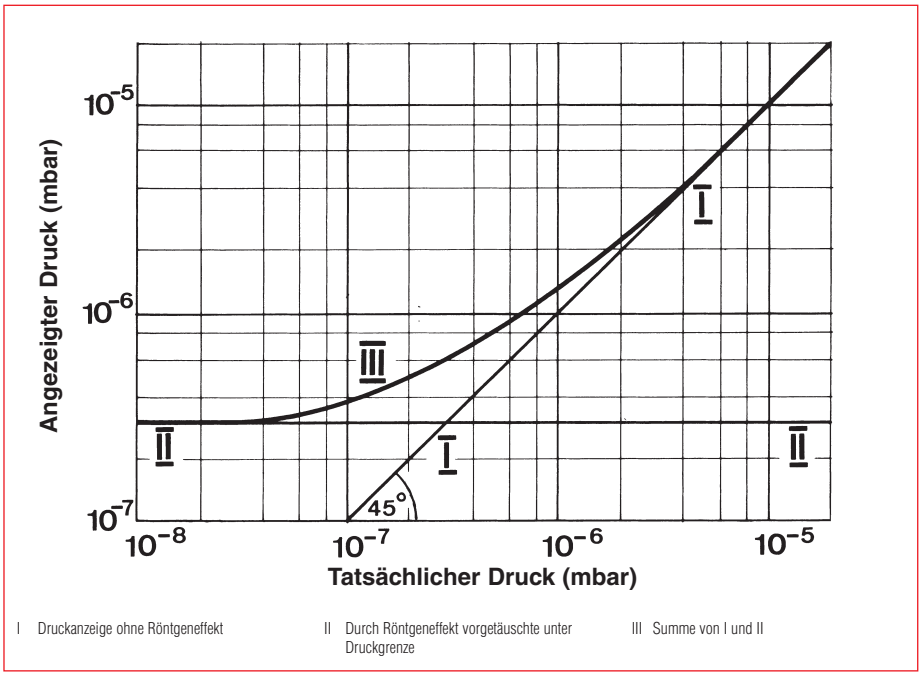
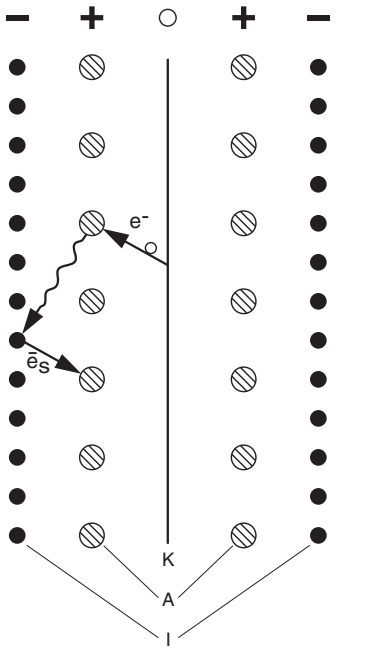


Abb. 7.14
Durch den Röntgeneffekt bei einer normalen Ionisations-Vakuummeterröhre vorgetäuschte untere Druckmeßgrenze

bilden und bei Glasröhren kann es zu elektrostatischen Aufladungen kommen. Dann kann der angezeigte Druck p_a erheblich vom wahren Druck p_w abweichen.

Bei niedrigen Drücken wird der Meßbereich durch zwei Effekte begrenzt: durch den Röntgen- und den Ionendesorptionseffekt. Diese Effekte haben zur Folge, daß die streng lineare Proportionalität zwischen Druck und Ionenstrom verlorengeht und eine scheinbar nicht unterschreitbare Druckgrenze vorgetäuscht wird (siehe Abb. 7.14).

Der Röntgeneffekt (siehe Abb. 7.15)
Die von der Kathode emittierten und auf die Anode treffenden Elektronen lösen dort Photonen (weiche Röntgenstrahlen) aus. Diese Photonen wiederum lösen ihrerseits beim Auftreffen auf Oberflächen Photoelektronen aus. Die am Ionenfänger ausgelösten Photoelektronen (auch Sekundärelektroden genannt) fließen zur Anode, d. h. der Ionenfänger emittiert einen Elektronenstrom, der in gleicher Weise angezeigt wird wie ein zum Ionenfänger fließender positiver Ionenstrom. Dieser Photostrom täuscht einen Druck vor. Wir wollen diesen Effekt den positiven Röntgeneffekt nennen. Er ist von der Anodenspannung und von der Größe der Oberfläche des Ionenfängers abhängig.



K Kathode
A Anode
I Ionenfänger

Abb. 7.15
Zur Erklärung des Röntgeneffektes in einer normalen Ionisations-Vakuummeterröhre.
Die von der Kathode K emittierten Elektronen e^- prallen auf die Anode A und lösen dort eine weiche Röntgenstrahlung (Photonen) aus. Diese trifft zum Teil auf den Ionenfänger I und löst dort Photoelektronen aus: e_s^-

Es gibt aber unter gewissen Voraussetzungen auch einen negativen Röntgeneffekt. Photonen, die auf die das Meßsystem umgebende Wand treffen, lösen dort Photoelektronen aus, die ebenfalls in Richtung zur Anode fliegen, und – da die Anode gitterförmig ist – auch in den Raum innerhalb der Anode. Befindet sich nun die umgebende Wand auf demselben Potential wie der Ionenfänger, z. B. auf Erdpotential, so kann ein Teil dieser an der Wand ausgelösten Elektronen den Ionenfänger erreichen. Das hat zur Folge, daß ein Elektronenstrom zum Ionenfänger fließt, d. h. es fließt ein negativer Strom, der einen positiven Strom kompensieren kann. Dieser negative Röntgeneffekt hängt von dem Potential ab, auf dem sich die äußere Wand des Systems befindet.

Der Ionendesorptionseffekt
Adsorbierte Gase können durch Elektronenstoß von einer Oberfläche als Ionen desorbiert werden. Für ein Ionisations-Vakuummetersystem bedeutet das: Wenn auf der Anode eine Schicht adsorbierter Gase vorhanden ist, so werden diese Gase durch die auftreffenden Elektronen zum Teil als Ionen desorbiert. Die Ionen gelangen zum Ionenfänger und führen zu einer Druckanzeige, die zunächst unabhängig vom Druck ist, aber mit Erhöhung des Elektronenstromes zunimmt. Stellt man einen so kleinen Elektronenstrom ein, daß die Anzahl der auf die Oberfläche treffenden Elektronen klein gegen die Anzahl der adsorbierten Gasteilchen ist, so wird jedes Elektron die Möglichkeit haben, positive Ionen zu desorbieren. Erhöht man dann den Elektronenstrom, so wird die Desorption von Ionen zunächst zunehmen, weil mehr Elektronen auf die Oberfläche auftreffen. Das führt schließlich zu einer Verarmung der Oberfläche an adsorbierten Gasteilchen. Die Anzeige wird wieder sinken und erreicht dann im allgemeinen Werte, die zum Teil beträchtlich unter der Druckanzeige liegen können, die bei einem kleinem Elektronenstrom beobachtet worden ist. Für die Praxis hat dieser Effekt zur Folge, daß man sich vergewissern muß, ob die Druckanzeige durch einen Desorptionsstrom beeinflußt worden ist. Das geschieht am einfachsten in dem, daß man den Elektronenstrom vorübergehend um den Faktor 10 oder 100 ändert. Dabei ist der genauere Druckwert derjenige, der bei den größeren Elektronenströmen gefunden wird.

Neben dem konventionellen sogenannten normalen Ionisations-Vakuummetersystem, dessen Elektrodenaufbau etwa dem einer gewöhnlichen Triode gleicht, gibt es verschiedene Ionisations-Vakuummetersysteme (Bayard-Alpert-System, Bayard-Alpert-System mit Modulator, Extraktor-System), die je nach Bauart die beiden oben beschriebenen Effekte mehr oder weniger unterdrücken und deshalb bevorzugt für Meßzwecke im Hoch- und Ultrahochvakuumbereich eingesetzt werden. Als Standardsystem für diesen Bereich ist heute das Bayard-Alpert-System üblich.

a) Das normale Ionisations-Vakuummeter
Als Meßröhre wird eine Triode konventioneller Bauart (siehe Abb. 7.16a), jedoch insofern etwas abgeändert, daß die äußere Elektrode als Ionenfänger, das weiter innen liegende Gitter als Anode dient. Die Elektronen werden bei dieser Schaltung auf lange Wege gezwungen (Pendeln um die Gitterdrähte der Anode), so daß die Wahrscheinlichkeit für ionisierende Zusammenstöße und damit die Empfindlichkeit der Meßröhre relativ hoch ist. Da die Trioden-Systeme wegen ihres starken Röntgeneffektes gewöhnlich nur im Hochvakuumbereich zur Druckmessung verwendet werden, haben Gasaufzehrungs-(Pump-)effekte und der Gasgehalt des Elektrodensystems nur geringen Einfluß auf die Druckmessung.

b) Das Ionisations-Vakuummeter für höhere Drücke (bis 1 mbar)
Als Meßsystem wird ebenfalls eine Triode konventioneller Bauart (siehe Abb. 7.16b), jedoch nun in konventioneller Triodenschaltung verwendet. Da das Meßsystem die Messung von Drücken bis zu 1 mbar ermöglichen soll, muß die Kathode gegen relativ hohen Sauerstoffdruck resistent sein. Sie ist daher als sog. „non-burn-out“ Kathode ausgebildet und besteht aus einem Iridiumbändchen, das mit Yttriumoxyd überzogen ist. Um bis zu Drücken von 1 mbar eine geradlinige Charakteristik (lineare Abhängigkeit des Ionenstromes

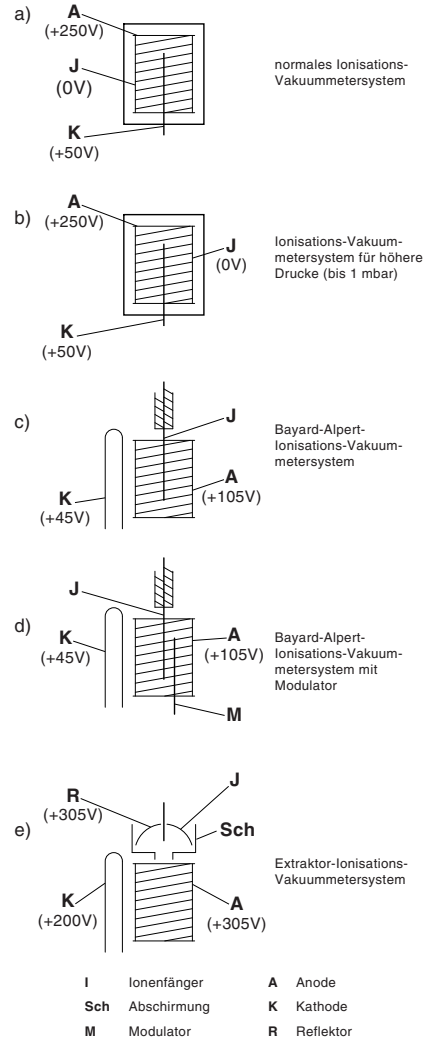


Abb. 7.16
Schematische Darstellung des Elektrodenaufbaues verschiedener Ionisations-Vakuummeter-Meßsysteme

vom Druck) zu erreichen, ist in den Anodenkreis ein hochohmiger Widerstand von einigen MΩ eingebaut.

c) Das Bayard-Alpert-Ionisations-Vakuummeter (das heute übliche Standardmeßsystem)

Um Linearität zwischen Gasdruck und Ionenstrom über einen möglichst großen Druckbereich zu gewährleisten, muß der Röntgeneffekt soweit wie möglich unterdrückt werden. Dies geschieht in der Elektrodenanordnung nach Bayard-Alpert dadurch, daß die Glühkathode außerhalb der Anode liegt und der Ionenfänger als dünner Draht die Achse des Elektrodensystems bildet (siehe Abb. 7.16c). Der Röntgeneffekt wird durch die Verkleinerung der Oberfläche des Ionenfängers um zwei bis drei Zehnerpotenzen verringert. Bei der Messung von Drücken im Ultrahochvakuum-Bereich beeinflussen die Oberflächen der Meßröhren und ihrer Anschlußleitungen an den Rezipienten die Druckmessung. Auf die verschiedenen Adsorptions-, Desorptions-, Dissoziations und Strömungseffekte kann in diesem Zusammenhang nicht eingegangen werden. Bei Verwendung der Bayard-Alpert-Systeme als Einbaumeßsysteme, die sich direkt im Rezipienten befinden, werden Fehlmessungen auf Grund der genannten Effekte weitgehend vermieden.

d) Das Bayard-Alpert-Ionisations-Vakuummeter mit Modulator

Eine Druckmessung, bei der Fehler durch den Röntgen- und den Ionendesorptionseffekt quantitativ berücksichtigt werden können, bietet das Bayard-Alpert-System mit Modulator (Abb. 7.16d), das von Redhead eingeführt wurde. In diesem System befindet sich neben dem Ionenfänger innerhalb der Anode noch ein zweiter dünner Draht – der Modulator – in der Nähe der Anode. Liegt dieser auf Anodenpotential, so hat er auf die Messung keinen Einfluß. Legt man dagegen an den Modulator das selbe Potential an wie an den Ionenfänger, so fließt ein Teil des gebildeten Ionenstromes auf den Modulator und der Strom, der zum Ionenfänger fließt, wird kleiner. Der angezeigte Druck p_A des Ionisations-Vakuummeters mit Modulator auf Anodenpotentlal setzt sich zusammen aus dem Anteil des Gasdruckes p_g und des Röntgeneffektes p_γ.

$$p_A = p_g + p_\gamma \qquad (7.4)$$

Nach dem Umschalten des Modulators von Anodenpotential auf Ionenfängerpotential ist die modulierte Druck-Anzeige p_M geringer als die Anzeige p_A, da ein Teil der Ionen nunmehr auf den Modulator gelangt. Es gilt also

$$p_M = \alpha \cdot p_g + p_\gamma \qquad (7.5)$$

mit $\alpha < 1$.

Der Anteil p_γ des Röntgeneffektes ist in bei den Fällen gleich. Nach Bildung der Differenz von (7.4) und (7.5) ergibt sich für den Gasdruck p_g der Ausdruck:

$$p_g = \frac{p_A - p_M}{1-\alpha} \qquad (7.6)$$

α läßt sich bei einem höheren Druck (etwa bei 10^{-6} mbar), bei dem der Röntgeneffekt und damit p_γ vernachlässigbar ist, experimentell sofort bestimmen, indem man die zu den beiden Modulatorpotentialen gehörigen Drücke abliest und deren Verhältnis bildet. Dieses Modulationsverfahren hat weiterhin den Vorteil, daß damit auch der Ionendesorptionseffekt erfaßt wird. Es erlaubt mit verhältnismäßig geringem Aufwand Druckmessungen bis in den 10^{-11} mbar Bereich.

e) Das Extraktor-Ionisations-Vakuummeter

Die Druckmessung beeinflussende, störende Effekte können auch durch ein ionenoptisches System, wie es erstmals von Redhead angegeben wurde, weitgehend eliminiert werden. Bei diesem Extraktor-System (Abb. 7.16e) werden die Ionen aus dem Anodenzylinder auf einen sehr dünnen und kurzen Ionenfänger fokussiert. Der Ionenfänger befindet sich in einem Raum, dessen Rückwand von einer kalottenförmigen Elektrode gebildet ist, die sich auf Anodenpotential befindet, so daß sie von Ionen, die aus dem Gasraum stammen, nicht erreicht werden kann. Durch die Geometrie des Systems sowie durch die Potentiale der einzelnen Elektroden werden die störenden Einflüsse durch Röntgeneffekte und Ionendesorption fast vollkommen ausgeschlossen, ohne daß ein Modulator benötigt wird. Das Extraktor-System mißt Drücke zwischen 10^{-4} und 10^{-12} mbar. Ein weiterer Vorteil ist, daß das Meßsystem als Einbaumeßsystem mit einem Durchmesser von nur 35 mm gebaut und damit auch in kleine Apparaturen eingebaut werden kann.

7.4 Transmitter

7.4.1 Allgemeine Eigenschaften von Transmittern als Vakuummeter

Der Trend bei neuen Vakuummetern geht eindeutig zur Verwendung von Transmittern. Transmitter sind Signalwandler mit genormten Ausgangsgrößen Spannung 0...10 Volt oder Strom 4...20 mA und einheitlicher Versorgung 24 Volt Gleichspannung (in der Vakuumtechnik ist der Spannungsausgang häufiger zu finden). Trans-

Klassische und Transmitter Vakuummeter					
Meßprinzip	klassisch	Betriebsgerät	Transmitter	Übertragung	Auslesegerät
Kapazität	CAPACITRON	DM 21/22	CTR	analog	CENTER ONE
Pirani	THERMOVAC	TM 21/22/23	TTR	analog	DISPLAY ONE, IT23
Ionisation	IONIVAC	IM 520	ITR	digital	CENTER ONE, IT23
Penning	PENNINGVAC	PM 31	PTR	analog	CENTER ONE, IT23

Tabelle 7.4
Eigenschaften von LEYBOLD VAKUUM Transmittern

mitter sind metallische Meßröhren, die in einem kleinen Gehäuse huckepack einen mikroelektronischen Signalwandler tragen und meistens keine eigene Ablesemöglichkeit haben. Der Meßbereich eines Transmitters wird (falls nötig linearisiert) im genannten Spannungs- bzw. Strombereich des Gerätes **linear** an normierten Schnittstellen (z. B. RS 232 C) in digitaler Form zur Verfügung gestellt. In großen Vakuumanlagen kann die Spannungsversorgung des Transmitters auch durch die anlageneigene Steuerspannung erfolgen. Der gemessene Druck wird dann meist in einem Prozeßflußdiagramm dargestellt. Um die Geräte auch für Standardanwendungen einsetzen zu können, gibt es besondere Anzeige oder Betriebsgeräte, die meist drei Aufgaben haben:

- Stromversorgung des Transmitters
- Darstellung des Meßergebnisses
- Durchschleifen der digitalen Werte zur Weiterverarbeitung

Zum Auslesen von mehreren Transmittern vom gleichen Rechner werden zusätzlich zu den Einzelschnittstellen andere Schnittstellen (z. B. RS 485 C) eingesetzt. Diese werden nach einem bestimmten Protokoll eines „Bussytems“ wie **Profibus** oder **DeviceNet** vom Rechner abgefragt. Dazu werden den einzelnen Transmittern im Bussystem Adressen zugeordnet und die Meßwerte der einzelnen „Adressen“ in einer bestimmten Reihenfolge nach einem festgelegten Protokoll abgefragt. In einem solchen Bussystem können auch Transmitter für ganz unterschiedliche Meßgrößen kombiniert werden, wenn sie nur dem selben Bussystem angehören.

7.4.2 Einzel Transmitter (Vakuummeter)

Die Tabelle 7.4 gibt eine Übersicht der für die verschiedenen Meßprinzipien zur Verfügung stehenden Gerätefamilien.

7.4.3 Kombinations Transmitter (ITR90)

Zur Vereinfachung der Kontrolle von Prozessen gibt es eine Kombination von einem Bayard-Alpert Ionisationssensors mit einem miniaturisierten Piranisensor als Transmitter mit nur einem Flanschanschluß. Hier besteht die Hauptaufgabe des Piraniteiles darin, die Kathode des Ionisationsteiles automatisch ein- und auszuschalten und vor plötzlichen Lufteinbrüchen zu schützen. Bei Verwendung eines Anzeigegerätes z. B. IT23 werden zwar Meßwerte des ITR90 bis Atmosphärendruck dargestellt, aber für den Piranibereich von 10^{-3} bis 1000 mbar gibt es keine Meßunsicherheitsspezifikation, da der Piranisensor hier nur eine Schalt- und Schutzfunktion erfüllen soll.

7.4.4 Einfluß der Auslesegeräte von Transmittern auf die Meßunsicherheit

Die Signalübertragung vom Sensor zum Anzeigegerät kann grundsätzlich entweder digital oder analog erfolgen, so daß zwischen diesen beiden Fällen zu unterscheiden ist. Die linearisierten Kennlinien von stark unlinearen Sensoren (besonders von thermoelektrischen Sensoren) täuschen besonders in den Problemzonen kleine Meßunsicherheiten vor. Abb. 7.17 zeigt den Vergleich einer analogen Skala mit einer digitalen Anzeige eines THERMOVAC Sensors. Im konkreten Fall wird mit der digitalen Angabe **$2{,}19 \cdot 10^{-1}$ mbar** eine hohe Auflösung angegeben, die hier im „bevorzugten Einsatzbereich“ richtig ist, aber in der Randbereichen zwischen 100 und 1000 mbar und ebenso bei Drücken unter $1 \cdot 10^{-2}$ mbar nicht erreichbar ist. Darüber hinaus täuscht die quasi analoge Balkendarstellung gleiche Auflösung in allen Druckdekaden vor.

7.4.4.1 Digitale Übertragung

Die Umwandlung des analogen Meßwertes in ein digitales Signal erfolgt schon im Transmitter. Bei der nachfolgenden Übertragung zum Anzeigegerät wird der Meßwert selbst nicht beeinflußt. Man muß aber darauf achten, daß das Anzeigegerät die Zahl der übertragenen Stellen auch anzeigen kann.

7.4.4.2 Analoge Übertragung

Hier erfolgt die Umwandlung des analogen Meßsignales erst im Anzeigegerät. Bei

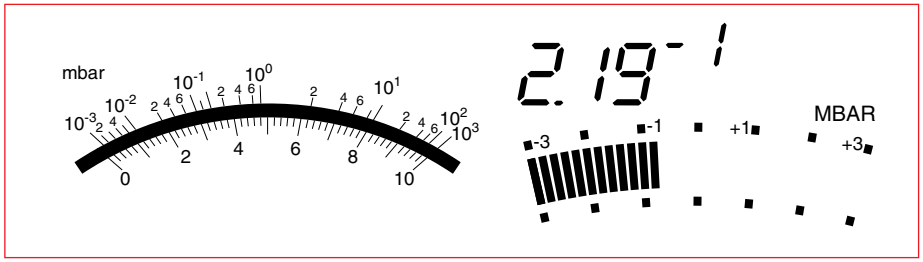


Abb. 7.17
Analoge und Digitale Anzeige

ungünstigen Kombinationen können dabei die Spezifikationen des Sensors nicht ausgenutzt / erreicht werden. Das analoge Meßsignal von 0 bis 10 Volt des Transmitters wird im **A**nalog-**D**igital-Wandler des Anzeigegerätes in ein digitales Signal umgewandelt und dieses angezeigt. Je nach Qualität des eingebauten AD-Wandlers wird die Höhe des Analogsignals durch eine unterschiedliche Anzahl von Stufen dargestellt. So stehen für das volle 10 Volt-Signal bei

10bit Wandler 2^{10} = 1024 Stufen
und damit pro Stufe ca. 10 mV

18bit Wandler 2^{18} = 262144 Stufen
und damit pro Stufe ca. 0,04 mV

zur Verfügung.

Beispiel 1: Bei einem 18bit-Wandler ist 0,04 mV die kleinste darstellbare Meßgröße. Für einen Sensor mit einem Meßbereich von drei Dekaden wäre das sehr genau:

3. Dekade	1,0	-	10,0 Volt
2. Dekade	0,1	-	1,0 Volt
1. Dekade	0,01	-	0,1 Volt

Der kleinste darstellbare Druckunterschied entspricht damit 0,04 mV/0,1 V = $4 \cdot 10^{-4}$ = 0,04% des Meßwertes bei Vollausschlag im empfindlichsten Meßbereich und damit besser als die meisten zur Verfügung stehenden Sensoren.

Beispiel 2: Bei einem 10bit-Wandler ist 10mV die kleinste darstellbare Meßgröße. Bei einem Sensor mit einem Meßbereich von vier Dekaden wäre das unzureichend:

4. Dekade	1,0	-	10,0 Volt
3. Dekade	0,1	-	1,0 Volt
2. Dekade	0,01	-	0,1 Volt
1. Dekade	0,001	-	0,01 Volt

Der kleinste darstellbare Druckunterschied entspricht damit 10 mV / 0,01V = 1 =100% des Meßwertes bei Vollausschlag im empfindlichsten Meßbereich und damit unbrauchbar

7.5 Justieren, Eichen und Kalibrieren; DKD, PTB, Nationale Standards

Begriffsbestimmungen: Da im täglichen Gebrauch diese Begriffe oft vermischt werden, soll zunächst eine klare Begriffsbestimmung erfolgen:

Justieren oder Abstimmen (englisch: tuning) ist das korrekte Einstellen eines Gerätes. Beispielsweise das Einstellen von 0 und 100% bei THERMOVAC's oder das Einstellen des Massenspektrometers auf Masse 4 im Helium-Leckdetektor.

Eichen ist das Vergleichen mit einem Normal gemäß bestimmten gesetzlichen Regelungen durch besonders befugtes Personal (Eichamt). Bei positivem Ausgang dieser wiederkehrenden Überprüfung ist eine weitere Betriebserlaubnis für die nächste Betriebsperiode (z.B. drei Jahre) für Außenstehende durch einen Aufkleber oder eine Plombe zu erkennen. Bei negativem Ausgang wird das Gerät eingezogen.

Kalibrieren ist das Vergleichen mit einem Normal gemäß bestimmten gesetzlichen Regelungen durch besonders befugtes Personal (Kalibrierstelle). Das Ergebnis dieses Vorganges ist ein Kalibrierschein, in dem die Abweichungen der Anzeigen von Normal und zu kalibrierendem Gerät festgestellt werden.

Kalibrierstellen führen diese Arbeit des Kalibrierens aus. Es ergibt sich dabei das Problem, wie gut sind deren Normale bzw. wo werden diese kalibriert? Solche Normale werden in Kalibrierstellen des Deutschen Kalibrierdienstes (DKD) und deren Normale bei PTB kalbriert. Der Deutsche Kalibrierdienst steht unter der Leitung der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt (PTB). Seine Aufgabe besteht darin, den Anschluß der Meß- und Prüfeinrichtungen des industriellen Meßwesens an staatliche Normen sicherzustellen. Das Kalibrieren von Vakuummetern und von Testlecks im Rahmen des DKD wurde von der PTB unter anderen auch der Firma LEYBOLD übertragen. Der erforderliche Kalibrierpumpstand wurde nach DIN 28 418 (siehe Tab. 15.1) aufgebaut, von der PTB überprüft und abgenommen. Die Normale der DKD-Stellen, sogenannte Transfer-Standards (Bezugsvakuummeter) werden in regelmäßigen Abständen direkt von der PTB kalibriert. Bei LEYBOLD in Köln werden im Kundenauftrag unparteiisch Vakuummeßgeräte aller Fabrikate kalibriert. Über die Kalibrierung wird ein DKD-Kalibrierschein mit allen Kenngrößen ausgestellt. Die „Normale" der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt sind die sogenannten Nationalen Standards. Um eine entsprechend große Meßgenauigkeit bzw. kleine Meßunsicherheit ihrer Kalibrierungen garantieren zu können, macht die PTB ihre Messungen weitgehend durch Anwendung fundamentaler Methoden. Das bedeutet, man versucht die Kalibrierdrücke beispielsweise durch Messung von Kraft und Fläche oder durch eine streng nach physikalischen Gesetzen vorgenommene Verdünnung der Gase darzustellen. Bei der PTB werden im Vakuumbereich die Methoden der statischen und der kontinuierlichen (früher: dynamischen) Expansion angewendet. Die

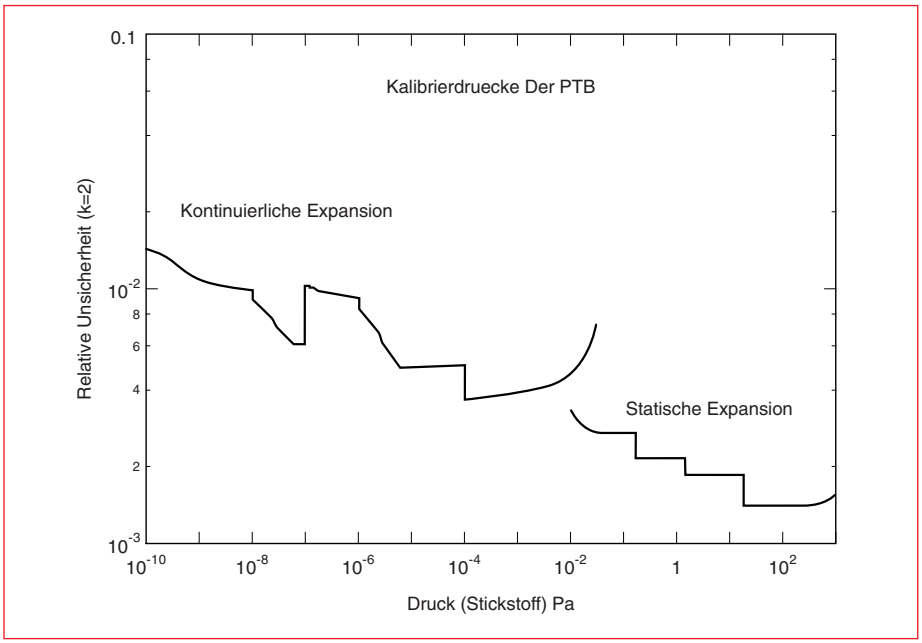


Abb. 7.18
Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Berlin: Druckskala für Stickstoff (Stand April 2001)

Kette des einmal jährlichen Rekalibrierens (Wiederkalibrierens) von Normalgeräten bei der nächst höher qualifizierteren Kalibrierstelle bis hin zur PTB wird „Rückführung auf nationale Standards“ genannt. Auch in anderen Ländern werden ähnliche Verfahren von den nationalen Standardinstituten durchgeführt, wie in der Bundesrepublik Deutschland durch die Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB). Abb. 7.18 zeigt die Druckskala der PTB. Richtlinien für das Kalibrieren sind in DIN-Normen (DIN 28 2416) und ISO-Vorschlägen festgelegt.

7.5.1 Beispiele für fundamentale Druckmeßmethoden (als Standard-Verfahren zum Kalibrieren von Vakuummetern)

a) Messung des Druckes mit einem fundamentalen Vakuummeter

Als Beispiel hierfür sei das U-Rohr-Vakuummeter genannt, bei dem die Messung des Druckes in der Meßkapillare auf eine Messung des Gewichtes über die Länge der Quecksilbersäule zurückgeführt wird.

Früher wurde auch das McLeod-Vakuummeter zum Kalibrieren herangezogen. Mit einer Präzisionsausführung des McLeod's und sorgfältig ausgeführten Messungen unter Beachtung aller Fehlermöglichkeiten läßt sich der Druck mit einem solchen Gerät noch bis auf 10^{-4} mbar mit großer Genauigkeit ermitteln.

Ein weiteres fundamentales Vakuummeter ist das Reibungs-Vakuummeter VISCOVAC mit rotierender Kugel (siehe 7.3.1), sowie das Kapazitäts-Vakuummeter (siehe 7.2.2.5).

b) Herstellung eines bekannten Druckes. Statische Expansionsmethode

Ausgehend von einer bestimmten Gasmenge, deren Zustandsgrößen p, V und T genau bekannt sind (p liegt dabei im Meßbereich eines absoluten Vakuummeters wie U-Rohr- oder McLeod-Vakuummeter) erreicht man über eine mehrfache Expansion einen niedrigeren Druck, der im Arbeitsbereich von Ionisations-Vakuummetern liegt.

Expandiert man die Gasmenge vom Volumen V_1 zum Volumen $(V_1 + V_2)$, von V_2 nach $(V_2 + V_3)$ usw., so erhält man nach n Expansions-Schritten:

$$p_n = p_1 \cdot \frac{V_1}{V_1 + V_2} \cdot \frac{V_2}{V_2 + V_3} \cdot \ldots \cdot \frac{V_{n-1}}{V_{n-1} + V_n} \quad (7.7)$$

p_1= Ausgangsdruck in mbar, unmittelbar (direkt) gemessen

p_n = Kalibrierdruck

Dabei müssen die Volumina möglichst genau bekannt sein (siehe Abb. 7.19) und die Temperatur muß konstant bleiben. Diese Methode erfordert große Sauberkeit der verwendeten Apparaturen und findet ihre Grenzen in den Druckgebieten, in denen die Menge des Gases durch Desorptions- oder Adsorptionseffekte über die zulässigen Fehlergrenzen hinaus verändert werden kann. Diese untere Grenze liegt erfahrungsgemäß bei ca. $5 \cdot 10^{-7}$ mbar. Die Methode heißt statische Expansionsmethode, weil Druck und Volumen ruhender Gasmengen die entscheidenden Größen sind.

c) Kontinuierliche Expansionsmethode (siehe Abb. 7.20)

Diese Methode war früher unter dem etwas unglücklichen Namen „Dynamische Expansionsmethode“ bekannt. Bei diesem Verfahren wird der Kalibrierdruck p dadurch hergestellt, daß man Gas mit einer

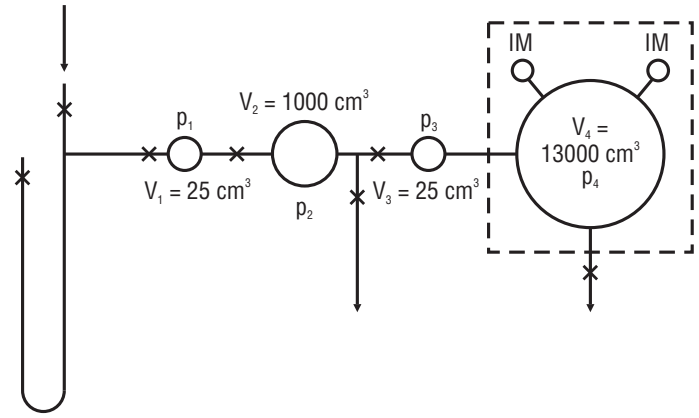
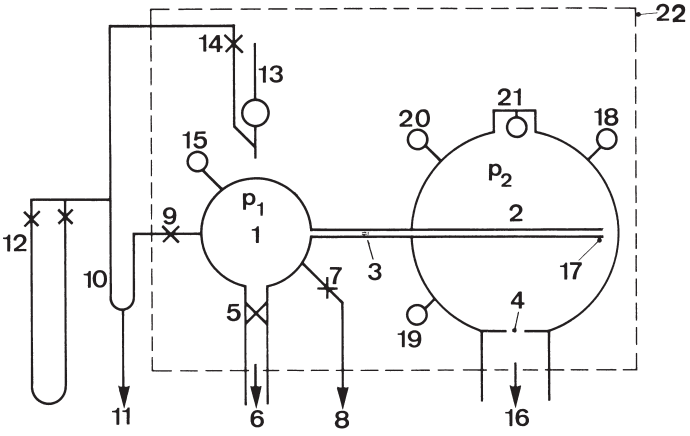


Abb. 7.19
Erzeugung von niedrigen Drücken durch Statische Expansion



$$p_2 = p_1 \frac{L_1}{S} \quad (S_p >> L_2)$$

1 Volumen 1
2 Volumen 2
3 Einlaßventil (Leitwert L1)
4 Öffnung mit Leitwert L2
5 Ventil
6 zum Pumpsystem
7 Ventil
8 zum Gasvorrat
9 Ventil
10 LN_2-Kühlfalle
11 zum Pumpsystem
12 U-Rohr-Vakuummeter
13 McLeod-Vakuummeter
14 Ventil
15 kalibrierte Ionisations-Vakuummeter-Röhre
16 zur Pumpe (Saugvermögen S_p)
17 Gaseinlaß
18 Massenspektrometer
19,20 zu kalibrierende Meßröhren
21 zu kalibrierendes Einbaumeßsystem
22 Ausheizofen

Abb. 7.20
Schema zum Kalibrieren nach der kontinuierlichen (früher: dynamischen) Expansionsmethode

konstanten Durchflußleistung Q in einen Vakuumbehälter einströmen läßt, während gleichzeitig durch eine Pumpvorrichtung mit konstantem Saugvermögen S Gas aus dem Behälter abgepumpt wird. Im Gleichgewicht gilt gemäß Gleichung 1.10a:

$$p = Q / S. \qquad (7.8)$$

Q wird entweder durch die vom Vorratsgefäß, in dem ein konstanter Druck herrscht in das Kalibriergefäß abströmende Gasmenge bestimmt oder durch die durch einen bekannten Leitwert mit gemessenem Druck in das Kalibriergefäß einströmende Gasmenge. Der Druck vor dem Einlaßventil muß so hoch sein, daß man ihn mit einem absoluten Meßgerät ermitteln kann. Die Einlaßöffnungen des Ventils (enge Kapillare, Sinterkörper) müssen so eng sein, daß die Bedingung $d << \lambda$ erfüllt ist, also eine Molekularströmung und damit ein konstanter Leitwert des Eingangsventils vorliegt (siehe Abschnitt 1.5) Die Gasmenge ist dann durch $p_1 \cdot L_1$ bestimmt, wobei p_1 = Druck vor dem Einlaßventil und L_1 = Leitwert des Ventils ist. Die Pumpanordnung besteht aus einer genau ausgemessenen Öffnung mit dem Leitwert L_2 in einer möglichst dünnen Wand (Blendenleitwert) und einer Pumpe mit einem Saugvermögen S_p:

$$S = \frac{L_2 \cdot S_p}{L_2 + S_p} = \frac{L_2}{1 + \frac{L_2}{S_p}} \qquad (7.9)$$

und damit

$$p_2 = p_1 \cdot \frac{L_1}{S} = p_1 \cdot \frac{L_1}{L_2} \cdot (1 + \frac{L_2}{S_p}) \qquad (7.10)$$

Die Methode hat den Vorteil, daß nach der Einstellung eines Gleichgewichtszustandes die Sorptionseffekte keine Rolle mehr spielen und man daher mit diesem Verfahren in sehr niedrige Druckbereiche vordringen kann.

7.5.2 Spezifikationen, Meßunsicherheit, Angaben im Kalibrierschein

7.5.2.1 Herstellerspezifikationen eines Vakuummeters (meßtechnische)

Diese geben unter anderem an, innerhalb welcher Grenzen der im Meßgerät angezeigte Wert vom wahren Wert abweichen darf. Wenn dies bei neuen Geräten nicht erfüllt, ist spricht man von einem Garantiefall. Die bei einer Kalibrierung festgestellten und im Kalibrierschein dokumentierten Meßabweichungen (Meßfehler) können und sollten bei nachfolgenden Messungen mit dem Gerät als Korrekturgröße dienen.

Die Meßabweichung kann verschiedene Ursachen, wie Fertigungstoleranzen, Temperatureinflüsse, Langzeitdrift, Linearitätsabweichungen u.a. haben. Die Spezifikationen bezüglich der Meßabweichungen werden vom Hersteller meist durch (lineare) Addition der einzelnen Einflußgrößen zum **maximalen möglichen Meßfehler** erstellt.

Folgende Angaben sollten die Spezifikationen elektrischer Vakuummeter enthalten:

- Einzel- oder Summenangabe der Einflußgrößen für die max. Meßabweichung
- Den formelmäßigen oder bereichsabhängigen Zusammenhang zwischen Eingangsgröße (Druck) und Ausgangsgröße (Anzeige, Schreiberspannung, Spannung / Strom bei Transmittern, Computerschnittstelle) für die ganze Meßkette (Sensor + Kabel + Betriebsgerät). Leider ist dieser Zusammenhang besonders bei älteren Geräten oft nicht angegeben
- Auflösung der Anzeige/Display (falls zutreffend: bereichsabhängig)
- Die Anzahl der übertragenen Nachkommastellen bei Computerschnittstellen (RS 232 C, RS 485 C, Feldbus, Profibus, DeviceNet)

7.5.2.2 Kalibrierung

Als Ergebnis der Kalibrierung werden im Kalibrierschein neben vielen Formlitäten im tabellarischen Teil der wahre Druck (Kalibrierdruck) dem angezeigten Druck (Meßwert) gegenübergestellt. Die Abweichung dieser Werte kann danach zur Korrektion von Meßwerten genutzt werden. Bei der Kalibrierung werden nicht exakte vorgegebene Druckwerte, sondern nur „ungefähre“ Werte durch Druckerhöhung angefahren. Die Zahl der eingestellten Werte pro Dekade ist normalerweise vier bei logarithmischer Skala: 1, 2, 5, 10 und sechs bei linearer Skala: 1, 2, 4, 6, 8, 10.

Kalibrierscheine von DKD-Kalibrierstellen enthalten auch eine Angabe der errechneten Meßunsicherheiten. Der Begriff Meßunsicherheit ist konträr zu dem in der Praxis leider vielfach verwendeten Begriff der Meßgenauigkeit, welcher in der Meßtechnik möglichst vermieden wird. Die ausgewiesenen Werte ergeben sich aus einer statistischen Fehlerbetrachtung als die „wahrscheinlichsten Fehler“ und beziehen sich auf die gesamte Kalibrierung zum Zeitpunkt der Kalibrierung. Sie enthalten also Unsicherheitsanteile der Normalgeräte, des Verfahrens und des Prüflings, aber keine Langzeitprognose und keine Konformitäts-/Spezifikationsaussagen, also keine Aussage darüber, ob das Gerät die Werksspezifikationen (noch) erfüllt. Falls zusätzlich Konformitäts-/Spezifikationsaussagen gewünscht werden müssen sie extra bestellt werden. Das setzt aber voraus, daß die Herstellerspezifikation des Gerätes der Kalibrierstelle bekannt ist oder zur Verfü-

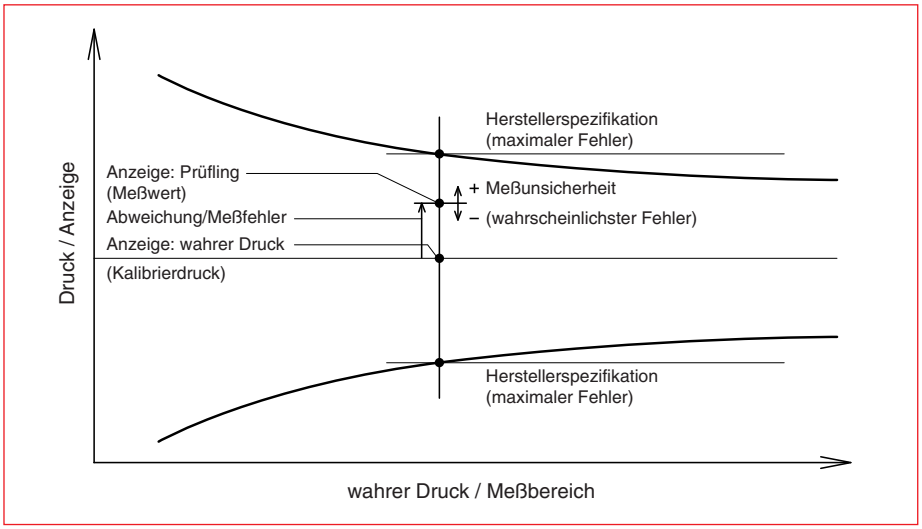


Abb. 7.21
Begriffe bei der Kalibrierung

gung gestellt wird. Die Skizze in Abb. 7.21 zeigt den Zusammenhang zwischen Meßwert (Anzeige), wahrem Druck (Kalibrierdruck), Meßabweichung (Meßfehler), Meßunsicherheit (Intervall für den wahrscheinlichsten Fehler) und Herstellerspezifikation (Intervall für den maximalen Fehler).

7.6 Drucküberwachung, Drucksteuerung und -regelung in Vakuumbehältern

7.6.1 Grundsätzliches zur Drucküberwachung und -steuerung

Bei allen Vakuumprozessen muß der Druck in der Anlage laufend kontrolliert und – sofern erforderlich – auch geregelt werden. Die moderne Betriebskontrolle verlangt darüber hinaus, daß alle für die Überwachung einer Anlage wichtigen Meßwerte in oft weit entfernte Zentralen, Kontroll- und Schaltwarten übertragen und in übersichtlicher Weise zusammengefaßt werden. Dabei werden häufig Druckveränderungen in ihrem zeitlichen Verlauf von Schreibern aufgezeichnet und registriert. Dem zufolge werden an die Vakuummeter zusätzliche Forderungen gestellt:

a) kontinuierliche Meßwertanzeige, möglichst analog und digital
b) übersichtliche und bequeme Ablesbarkeit des Meßwertes
c) Schreiberausgang zum Anschluß eines Schreibers oder von Steuer- oder Regelgeräten
d) eingebaute Computerschnittstelle (z. B. RS 232 C)
e) Möglichkeit Schaltvorgänge durch eingebaute „Trigger-Punkte“ auszulösen

Diese Forderungen werden mit Ausnahme der Feder-, Präzisionsmembran- und Flüssigkeits-Vakuummeter im allgemeinen von allen Vakuummetern erfüllt, die eine elektrische Meßwertanzeige haben. Die Netzgeräte sind hierzu mit Schreiberausgängen ausgerüstet, die je nach Druckanzeige, auf der Meßwertskala kontinuierliche Spannungen zwischen 0 und 10 V liefern, so daß die Druckwerte mit Hilfe eines Schreibers zeitlich registriert werden können. Wird an den Schreiberausgang des Meßgerätes ein Druckschaltgerät angeschlossen, so können bei Über- oder Unterschreiten vorgegebener Sollwerte Schaltvorgänge ausgelöst werden. Die Sollwerte oder Schaltschwellenwerte zum Auslösen von Schaltvorgängen direkt in den Meßgeräten werden Trigger-Werte genannt. Neben den Vakuummetern gibt es Membran-Druckschalter, die (ohne Anzeige eines Meßwertes) bei Erreichen eines bestimmten Druckes über einen Kontaktverstärker einen Schaltvorgang auslösen. Auch durch solche Schaltvorgänge können dann beispielsweise Ventile gesteuert werden.

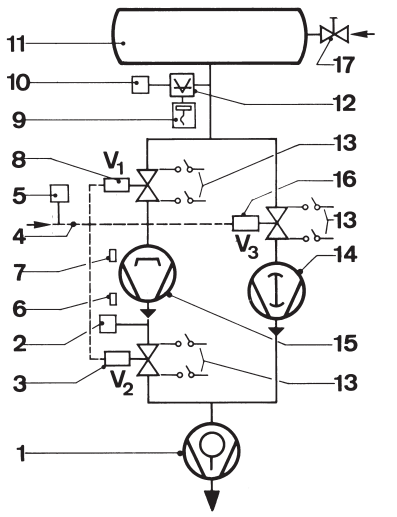
7.6.2 Automatische Sicherung, Überwachung und Steuerung von Vakuumanlagen

Die Sicherung einer Vakuumanlage gegen Störungen ist von größter Bedeutung. Bei einem Ausfall können unter Umständen sehr hohe materielle Werte auf dem Spiel stehen, sei es durch Verlust der gesamten Anlage oder wichtiger Teile davon, durch Verlust der Charge des zu bearbeitenden Materials oder durch weiteren Produktionsausfall. Eine ausreichende Betriebskontrolle und Sicherung, vor allem größter Produktionsanlagen, sollte daher durchgeführt werden. Die einzelnen bei dieser Aufgabe zu berücksichtigenden Faktoren werden am besten an Hand eines Beispiels verdeutlicht: Abb. 7.22 zeigt das Schema eines Hochvakuum-Pumpstandes. Für die Evakuierung eines Rezipienten (11) stehen wahlweise eine Wälzkolben- (14) oder eine Diffusionspumpe (15) zur Verfügung, die beide gegen eine Vorpumpe (1) arbeiten. Im Bereich des Feinvakuums wird die Wälzkolben- und im Hochvakuum die Diffusionspumpe eingesetzt. Die Ventile (3), (8), (16) sind elektropneumatisch betrieben. Die einzelnen Elemente werden von einem Schaltpult aus durch Druckknopfschalter betätigt. Der Pumpstand soll gegen folgende Störungen gesichert werden:

a) Stromausfall
b) Absinken des Druckes im Druckluftnetz
c) Ausfall des Kühlwassers der Diffusionspumpe
d) Fehler an der Diffusionspumpenheizung
e) Ausfall der Vorpumpe
f) Druckanstieg über einen höchstzulässigen Wert im Rezipienten
g) Druckanstieg über einen Höchstwert des Vorvakuums (Vorvakuumbeständigkeit der Diffusionspumpe)

Die gegen derartige Störungen zu ergreifenden Maßnahmen sollen in der gleichen Reihenfolge besprochen werden:

a) Maßnahmen bei Stromausfall: Alle Ventile werden geschlossen, dadurch wird das Belüften des Kessels verhindert und die Diffusionspumpe vor Schaden geschützt.
b) Sicherung bei Absinken des Druckes im Druckluftnetz: Die Druckluft wird von einem Druckwächter (5) überwacht. Bei Absinken unter einen vorgegebenen Druck kann zunächst ein Signal gegeben, oder die Ventile können automatisch geschlossen werden. Hierfür ist es notwendig, daß ein genügend großes Vorratsvolumen der Druckluft vorhanden ist (in Abb. 7.22 nicht gezeichnet), das für die einmalige Betätigung sämtlicher Ventile ausreicht.
c) Maßnahmen bei Ausfall des Kühlwassers der Diffusionspumpe: Das Kühlwasser wird von einem Durchfluß- oder Temperaturwächter überwacht (6) und (7). Bei zu geringem Kühlwasserabfluß wird die Heizung der Diffusionspumpe abgeschaltet und ein Signal gegeben; das Ventil (8) schließt.



1 Vorpumpe
2 Vorvakuumwächter
3 elektropneumatisches Ventil
4 Druckluftanschluß
5 Druckwächter
6 Thermowächter
7 Kühlwasserkontrolle
8 elektropneumatisches Ventil
9 Schreiber
10 Hochvakuumwächter
11 Rezipient
12 Hochvakuum-Meßgerät
13 Endkontakte
14 Wälzkolbenpumpe
15 Diffusionspumpe
16 elektropneumatisches Ventil
17 Belüftungsventil

Abb. 7.22
Schema eines Hochvakuumpumpstandes mit wahlweisem Betrieb einer Wälzkolben- oder einer Diffusionspumpe

d) Sicherung bei Fehlern an der Heizung der Diffusionspumpe: Eine Unterbrechung der Diffusionspumpenheizung kann von einem Relais überwacht werden. Beim Ansteigen der Temperatur über einen höchstzulässigen Wert spricht ein Temperaturwächter (6) an. In beiden Fällen schließt das Ventil (8) und ein Signal wird gegeben.

e) Sicherung bei Ausfall der Vorpumpe: Vorpumpen mit Keilriemenantrieb müssen einen Fliehkraftschalter haben, der Im Fall eines Riemenbruches oder einer sonstigen Störung die ganze Anlage außer Betrieb setzt. Einblockpumpen, bei denen der Antrieb unmittelbar auf die Welle übertragen wird, können durch Stromrelais und dergleichen überwacht werden.

f) Sicherung gegen Druckanstieg im Rezipienten über einen bestimmten Grenzwert: Der Hochvakuumwächter (10) gibt bei Überschreiten eines vorgeschriebenen Druckes ein Signal.

g) Sicherung der Vorvakuumbeständigkeit der Diffusionspumpe: Bei Überschreiten eines bestimmten Vorvakuumdruckes werden vom Vorvakuumwächter (2) sämtliche Ventile geschlossen, die Pumpen abgeschaltet und ebenfalls ein Signal gegeben. Die Stellung der Ventile (3), (8), (16) wird mittels Endkontakten (13) an der Bedienungstafel angezeigt. Der Druck wird am Rezipienten mit einem Hochvakuum-Meßgerät (12) gemessen und mit einem Schreiber (9) registriert. Gegen Bedienungsfehler kann man sich absichern, indem man die einzelnen Schaltelemente gegeneinander so verriegelt, daß sie nur in voraus bestimmter Reihenfolge betätigt werden können. So darf z. B. die Diffusionspumpe nicht eingeschaltet werden, wenn die Vorpumpe nicht läuft bzw. der erforderliche Vorvakuumdruck nicht vorhanden ist oder der Kühlwasserumlauf nicht funktioniert.

Der Schritt von der gegen alle Störungen gesicherten zur vollautomatisch arbeitenden, programmgesteuerten Anlage ist prinzipiell nicht groß, wenn auch natürlich der elektrische Aufwand in der Schaltung und Verdrahtung erheblich zunimmt.

7.6.3 Druckregelung und -Steuerung in Grob- und Feinvakuumanlagen

Steuerung und Regelung haben die Aufgabe, einer physikalische Größe – hier des Druckes in der Vakuumanlage – einen bestimmten Wert zu verleihen. Gemeinsames Merkmal ist das Stellglied, das die Energiezufuhr zur physikalischen Größe und damit die Größe selbst verändert. Als **Steuerung** bezeichnet man das Beeinflussen eines Systems oder Gerätes durch Befehle. Dabei wird mit einer Stellgröße unmittelbar das Stellglied und damit der Istwert der physikalischen Größe verändert. Beispiel: Betätigen eines Ventiles durch einen druckabhängigen Schalter. Der Istwert kann sich durch zusätzliche äußere Einflüsse unerwünschter Weise ändern. Das gesteuerte Gerät kann auf den Befehlsgeber nicht zurückwirken. Man sagt deshalb Steuerungen haben einen offenen Wirkungsablauf. Bei einer **Regelung** wird der Istwert der physikalischen Größe fortlaufend mit dem vorgegebenen Sollwert verglichen und bei Abweichung so ausgeregelt, daß er sich dem Sollwert möglichst vollständig nähert. Praktisch setzt eine Regelung immer eine Steuerung voraus. Der wesentliche Unterschied ist der Regler in dem der Soll-/Istwert-Vergleich erfolgt. Die Gesamtheit aller am Regelvorgang beteiligten Glieder bildet den Regelkreis. Die Begriffe und Kenngrößen zur Beschreibung von Regelvorgängen sind in DIN 19 226 festgelegt.

Man unterscheidet allgemein zwischen unstetigen Regelungen (z. B. Zweipunkt- oder Dreipunktregelung) mit Vorgabe eines Druckfensters, in dem sich der Druck bewegen darf und stetigen Regelungen (z. B. PID-Regelung) mit einem vorgegebenen Sollwert des Druckes, der möglichst genau eingehalten werden soll. Zum Einstellen des Druckes in einer Vakuumanlage haben wir zwei Möglichkeiten: erstens durch Verändern des Saugvermögens (Drehzahländerung der Pumpe oder Drosselung durch Schließen eines Ventiles) und zweitens durch Gaseinlaß (Öffnen eines Ventiles). Daraus ergeben sich insgesamt 4 Vorgehensweisen.

Unstetige Druckregelung

Obwohl eine stetige Regelung zweifellos das elegantere Verfahren darstellt, ist in allen Vakuumbereichen vielfach eine Zwei- bzw. Dreipunktregelung völlig ausreichend. Zur Festlegung des Druckfensters sind dazu zwei bzw. drei variable, druckabhängige Schaltkontakte erforderlich. Dabei ist es egal, ob die Schaltkontakte in einem Meßgerät mit Anzeige oder in einem nachgeschalteten Gerät eingebaut sind oder ob es sich um Druckschalter ohne Anzeige handelt. Abb. 7.23 soll den Unterschied zwischen einer Zweipunktregelung durch Saugvermögensdrosselung, einer Zweipunktregelung durch Gaseinlaß und einer Dreipunktregelung durch Kombination von Saugvermögensdrosselung und Gaseinlaß verdeutlichen. Die Abbildungen 7.24 und 7.25 zeigen Schaltung und Aufbau der beiden Zweipunktregelungen.

Bei der Zweipunktregelung durch Saugvermögensdrosselung (Abb. 7.24) ist im Ruhezustand der Relais-Kontakte das Pumpventil 4 mit Spannung versorgt, also geöffnet. Bei Unterschreiten des oberen Schaltpunktes bleibt das Ventil wegen der

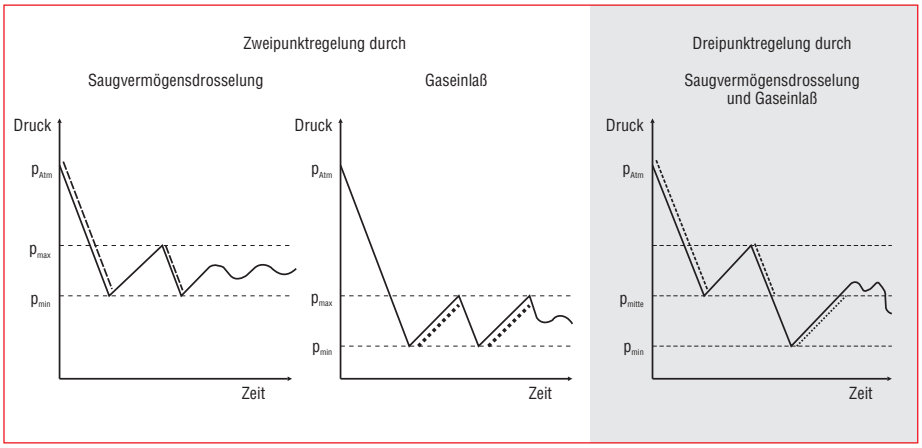
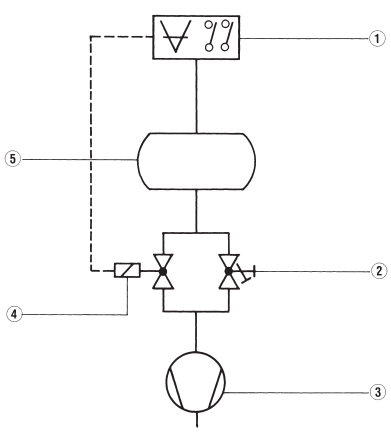
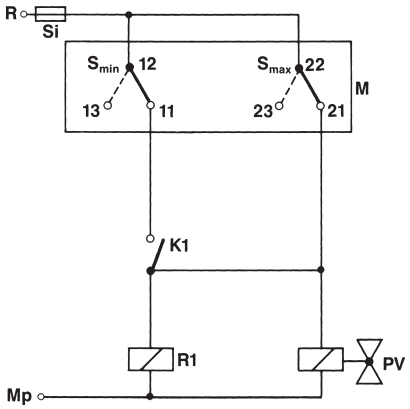


Abb. 7.23
Schema von Zweipunkt- und Dreipunktregelung





① Meßgerät mit zwei Schaltpunkten
② Drosselventil
③ Vakuumpumpe
④ Pumpventil
⑤ Vakuumbehälter

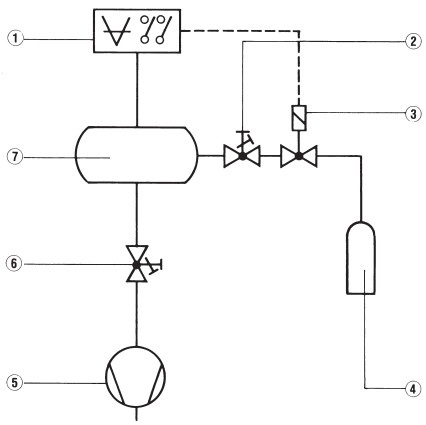
Si	Sicherung
R, Mp	Netzanschluß 220 V/50 Hz
S_{max}	Schaltpunkt für Maximalwert
S_{min}	Schaltpunkt für Minimalwert
PV	Pumpventil
R1	Hilfsrelais für Pumpventil
K1	Relaiskontakt von R1
M	Meß- und Schaltgerät

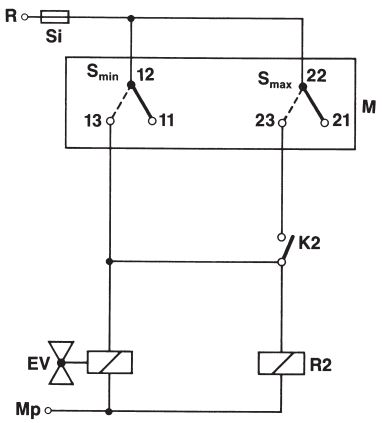
Abb. 7.24
Zweipunktregelung durch Saugvermögensdrosselung

Selbsthaltefunktion des Hilfsrelais geöffnet. Erst durch Unterschreiten des unteren Schaltpunktes wird die Relais-Selbsthaltung wieder gelöst. Bei einem nachfolgenden Druckanstieg wird das Ventil erst beim oberen Schaltpunkt erneut geöffnet.

Bei der Zweipunktregelung durch Gaseinlaß ist das Einlaßventil zunächst geschlossen. Bei Unterschreiten des oberen Druckschaltpunktes verändert sich nichts, erst bei Unterschreiten des unteren Schaltpunktes werden durch die Schließer-Kontakte gleichzeitig das Gaseinlaßventil geöffnet und das Hilfsrelais mit Selbsthaltefunktion betätigt. Eine Rückkehr in den Ruhezustand mit Schließen des Gaseinlaßventils wird erst nach Überschreiten des oberen Schaltpunktes durch den Abfall der Relais-Selbsthaltung wieder erreicht.

Abb. 7.26 zeigt die entsprechende Drei-Punktregelung, die aus den beiden eben besprochenen Komponenten zusammen-





① Meßgerät mit zwei Schaltpunkten
② Dosierventil
③ Einlaßventil
④ Gasvorrat
⑤ Drosselventil
⑥ Vakuumpumpe
⑦ Vakuumbehälter

Si	Sicherung
R, Mp	Netzanschluß 220 V/50 Hz
S_{max}	Schaltpunkt für Maximalwert
S_{min}	Schaltpunkt für Minimalwert
EV	Einlaßventil
R2	Hilfsrelais für Einlaßventil
K2	Relaiskontakt von R2
M	Meß- und Schaltgerät

Abb. 7.25
Zweipunktregelung durch Gaseinlaß

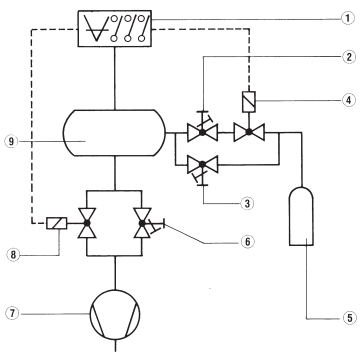
gesetzt wurde. Wie schon der Name sagt wurden dabei zwei Schaltpunkte, der untere Schaltpunkt der Regelung durch Saugvermögensdrosselung und der obere Schaltpunkt der Gaseinlaßregelung, zusammengelegt.

Zur Vermeidung der umständlichen Installation mit Hilfsrelais bieten viele Geräte die Möglichkeit die Funktionsart der eingebauten Trigger-Werte über die Software zu verändern. Dabei kann zunächst zwischen Einzelschaltpunkten (sogenannten **„Level-Triggern“**) und verketteten Schaltpunkten (**„Intervall-Triggern“**) gewählt werden. Diese Funktionen sind in Abb. 7.27 erklärt. Bei Intervall-Triggern kann außerdem die Größe der Hysterese und die Art der Sollwertvorgabe gewählt werden, nämlich entweder feste Einstellung im Gerät oder Vorgabe durch eine externe Spannung z.B. von 0 – 10 Volt. So kann beispielsweise mit dem LEYBOLD MEMBRANOVAC der A-Serie unmittelbar eine Dreipunktregelung (ohne Hilfsrelais) aufgebaut werden. Abb. 7.28 zeigt verschiedene Geräte der neuen LEYBOLD-A-Serie, die obwohl sie nach verschiedenen Meßverfahren arbeiten, alle ein einheitliches Aussehen zeigen.

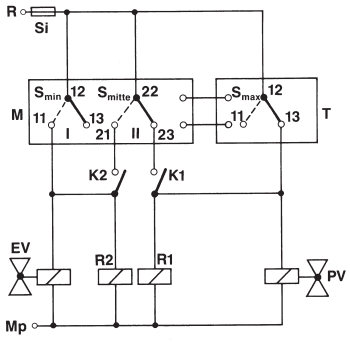
Stetige Druckregelung

Wir haben hier zwischen **Elektrischen Reglern** (z.B. PID-Regler) mit einem Proportionalventil als Stellglied und mechanischen Membranreglern zu unterscheiden. Bei Regelung mit elektrischen Reglern ist die Abstimmung von Regler und Stellglied (piezoelektrisches Gaseinlaßventil, Einlaßventil mit Motorantrieb, Drosselklappe, Drosselventil) wegen der sehr unterschiedlichen Randbedingungen (Volumen des Rezipienten, effektives Saugvermögen am Rezipienten, Druck-Regelbereich) schwierig. Solche Regelkreise neigen bei Prozeß-Störungen leicht zum Schwingen. Allgemein gültige Richtwerte lassen sich kaum angeben.

Viele Regelprobleme lassen sich besser mit einem **Membranregler** lösen. Die Funktion des Membranreglers (siehe Abb. 7.29) läßt sich einfach aus der eines Membran-Vakuummeters ableiten: Durch eine gummielastische Membran wird ein stumpfes Rohrende verschlossen (für Referenzdruck > Prozeßdruck) oder freigegeben (für Referenzdruck < Prozeßdruck), so



① Meßgerät mit drei Schaltpunkten
② Dosierventil
③ Dosierventil
④ Einlaßventil
⑤ Gasvorrat
⑥ Drosselventil
⑦ Vakuumpumpe
⑧ Pumpventil
⑨ Vakuumbehälter



Si	Sicherung
R, Mp	Netzanschluß 220 V/50 Hz
S_{max}	Schaltpunkt für Maximalwert
S_{mitte}	Schaltpunkt für Mittelwert
S_{min}	Schaltpunkt für Minimalwert
T	TORROSTAT® S 020
PV	Pumpventil
EV	Einlaßventil
R1	Hilfsrelais für Pumpintervall
R2	Hilfsrelais für Einlaßintervall
K1	Relaiskontakt von R1
K2	Relaiskontakt von R2
M	Meß- und Schaltgerät

Abb. 7.26
Dreipunktregelung

daß im letzteren Fall die Verbindung zwischen Prozeßseite und Vakuumpumpe hergestellt ist. Diese elegante und quasi „eigenautomatische“ Regelung hat ein ausgezeichnetes Regelverhalten (siehe Abb. 7.30).

Zur Erzielung großer Durchflußraten können mehrere Membranregler parallel geschaltet werde. Dazu werden sowohl die Prozeßkammern als auch die Referenzkammern der einzelnen Regler parallel geschaltet. Abb. 7.31 zeigt eine derartige Schaltung von 3 Membranreglern MR 50.

Zur Steuerung eines Vakuumprozesses ist es vielfach erforderlich, den Druck in einzelnen Prozeßschritten zu verändern. Das kann bei einem Membranregler naturgemäß entweder per Hand oder durch elektrische Regelung des Referenzdruckes geschehen.

Die elektrische Regelung des Referenzdruckes von einem Membranregler ist wegen des kleinen, immer gleichbleibenden Referenzvolumens vergleichsweise einfach. Abb. 7.33 zeigt eine derartige Anordnung links als Bild, rechts schematisch; siehe 7.6.5 Anwendungsbeispiele mit Membranreglern.

Um ein Verändern des Referenzdruckes und damit des Prozeßdruckes zu höheren Drucken hin realisieren zu können, muß zusätzlich auch an der Prozeßkammer ein Gaseinlaßventil angebracht werden, das über einen Differenzdruckschalter (in Abb. 7.33 nicht gezeichnet) geöffnet wird, wenn der gewünschte höhere Prozeßdruck den augenblicklichen Prozeßdruck um mehr als die am Differenzdruckschalter eingestellte Druckdifferenz überschreitet.

7.6.4 Druckregelung in Hoch- und Ultrahochvakuumanlagen

Soll der Druck innerhalb bestimmter Toleranzen konstant gehalten werden, so muß mit Hilfe von Ventilen oder Drosselstrecken ein Gleichgewicht zwischen der in den Vakuumbehälter eingelassenen Gasmenge und der gleichzeitig von der Pumpe abgesaugten Gasmenge hergestellt werden. Das ist in Grob- und Feinvakuumanlagen nicht allzu schwierig, weil die Desorption adsorbierter Gase von den Wänden gegenüber der durchströmenden Gasmenge im allgemeinen vernachlässigbar gering ist. Die Regelung kann durch Gaseinlaß- oder durch Saugvermögensregelung erfolgen. Der Einsatz von Membranreglern ist allerdings nur zwischen Atmosphärendruck und etwa 10 mbar möglich.

Im Hoch- und Ultrahochvakuum-Bereich dagegen beeinflußt die Gasabgabe der Behälterwände den Druck in entscheidender Weise. Die Einstellung bestimmter

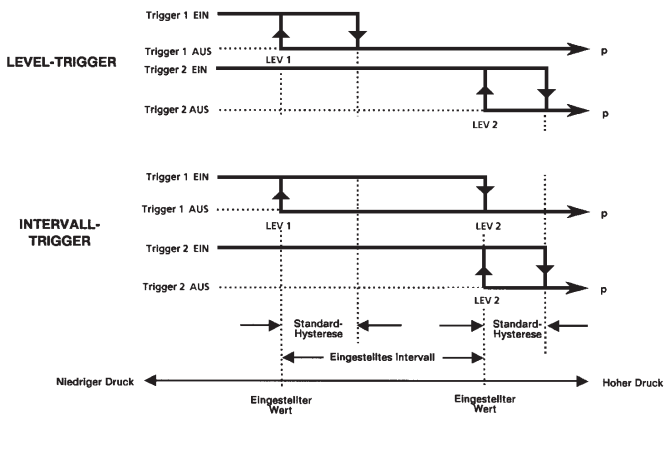


Abb. 7.27
Schaltfunktion der Level-Trigger und Intervall-Trigger

Abb. 7.28
LEYBOLD A-Serie, Geräte mit Level- und Intervall-Triggern

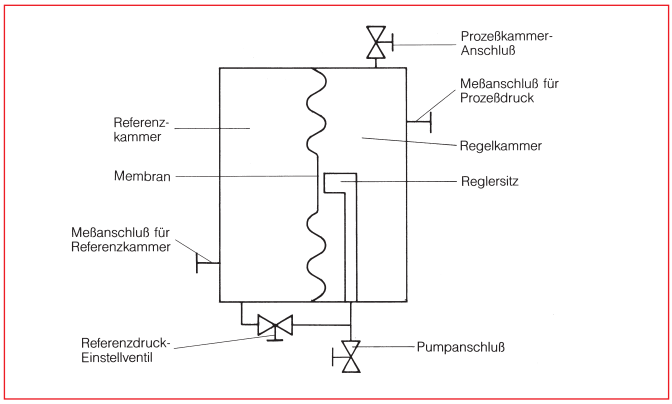


Abb. 7.29
Prinzip des Membranreglers

Abb. 7.31
Dreifach-Schaltung von Membranreglern

Druckwerte ist im Hoch- und Ultrahochvakuum daher nur möglich, wenn die Gasabgabe von den Wänden gegenüber den durch die Druckregelgeräte gesteuerten Gasmengen zu vernachlässigen ist. Regelungen in diesem Bereich werden daher meist als Gaseinlaßregelung mit einem elektischen PID-Regler ausgeführt. Als Stellglieder werden piezoelektrische oder servomotorgesteuerte Dosierventile eingesetzt. Zur Druckregelung unterhalb von 10^{-6} mbar sollten nur ausheizbare Ganzmetall-Gaseinlaßventile verwendet werden.

7.6.5 Anwendungsbeispiele mit Membranreglern

1) Steuerung eines Trocknungs-/ Destillationsprozesses unter Berücksichtigung der maximalen Wasserdampfverträglichkeit der Drehschieberpumpe.

Bei Trocknungsverfahren besteht sehr häufig der Wunsch, die Trocknung ausschließlich mit Hilfe von Vakuumpumpen ohne Zwischenschaltung von Kondensatoren durchzuführen. In Hinblick auf die begrenzte Wasserdampfverträglichkeit der Vakuumpumpen – in der Regel ca. 30 mbar – hätte dies bei nicht gedrosseltem bzw. nicht geregeltem Saugvermögen eine Kondensation der anfallenden Dämpfe innerhalb der Vakuumpumpe zur Folge. Dies kann durch eine prozeßabhängige Fernsteuerung eines Membranreglers mit Zusatzsteuerventilen und ein Meß- und Schaltgerät mit Drucksensor am Saugstutzen der Vakuumpumpe vermieden werden, wenn durch automatische Kontrolle des Ansaugdruckes der Vakuumpumpe der Ansaugdruck durch Saugvermögensdrosselung der Pumpe an ihre Wasserdampfverträglichkeit angepaßt wird. Abb. 7.32 zeigt das Prinzip dieser Anordnung.

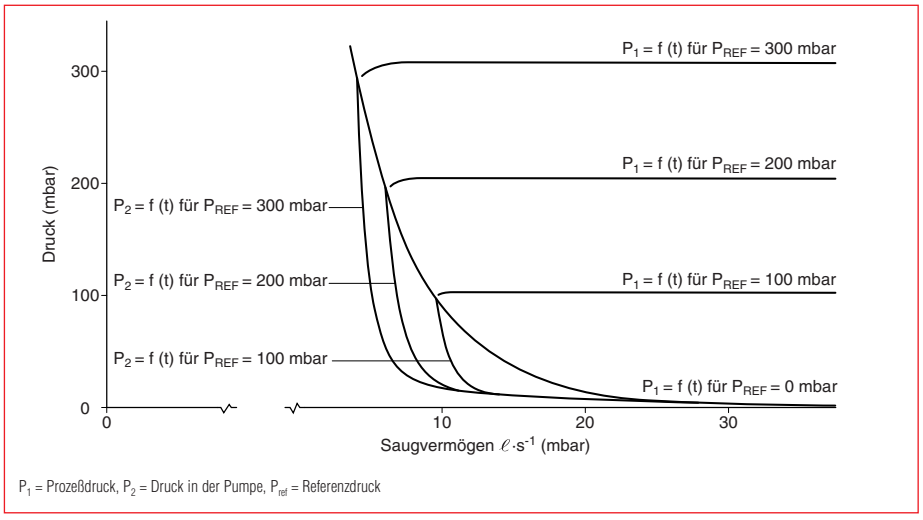

300
200
100
0
Druck (mbar)
P1 = f (t) für PREF = 300 mbar
P1 = f (t) für PREF = 200 mbar
P1 = f (t) für PREF = 100 mbar
P1 = f (t) für PREF = 0 mbar
P2 = f (t) für PREF = 300 mbar
P2 = f (t) für PREF = 200 mbar
P2 = f (t) für PREF = 100 mbar
0
10
20
30
Saugvermögen ℓ·s-1 (mbar)
P1 = Prozeßdruck, P2 = Druck in der Pumpe, Pref = Referenzdruck

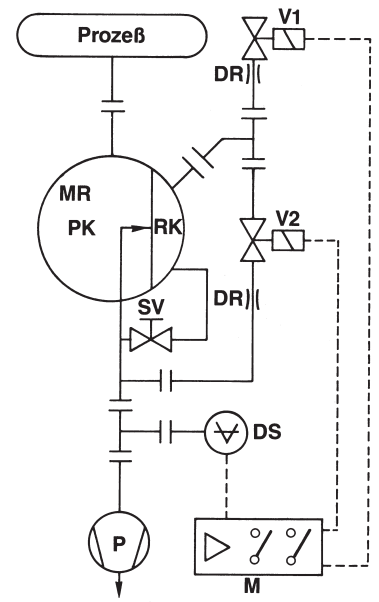
Abb. 7.30
Regelverhalten eines Membranreglers

Funktionsweise: Ausgehend vom Atmosphärendruck und nicht eingeschalteter Prozeßheizung ist zunächst das Ventil V1 geöffnet (Maximal-Schaltpunkt überschritten), so daß auch in der Referenzkammer Atmosphärendruck herrscht.

Der Membranregler ist deshalb geschlossen. Bei Inbetriebnahme wird zunächst die Verbindungsleitung zwischen Vakuumpumpe und Pumpventil V2 evakuiert. Sobald der Maximal-Schaltpunkt unterschritten wird, schließt das Ventil V1. Bei Unterschreiten des Minimal-Schaltpunktes öffnet das Ventil V2.

Dadurch wird der Druck in der Referenzkammer langsam abgesenkt, die Drosselung des Membranreglers entsprechend reduziert und dadurch der Prozeßdruck solange abgesenkt, bis die Prozeßgasmenge über der Fördermenge der Pumpe liegt und damit der Minimalschaltpunkt wieder überschritten wird. Das Ventil V2 schließt wieder. Dieses Wechselspiel wiederholt sich solange, bis auch der Druck in der Prozeßkammer unter den Minimalschaltpunkt abgesunken ist. Danach bleibt das Ventil V2 offen, so daß der Prozeß bei vollständig geöffnetem Membranregler auf den erforderlichen Enddruck abgesenkt werden kann.

Zur intensiven und schnellen Trocknung wird das zu trocknende Gut in der Regel beheizt. Bei entsprechendem Wasserdampfanfall steigt der Ansaugdruck über die beiden Schaltpunkte hinaus an. Dadurch schließt zunächst das Ventil V2 und das Ventil V1 öffnet. Durch einströmende Luft oder Schutzgas über das Ventil V1 wird der Druck in der Referenzkammer so lange erhöht und damit der Durchsatz am



MR Membranregler
P Vakuumpumpe
M Meß- und Schaltgerät
DS Drucksensor
V1 Pumpventil
V2 Gaseinlaßventil
DR Drossel
RK Referenzkammer
PK Prozeßkammer
SV Internes Referenzdruck-Stellventil

Abb. 7.32
Steuerung von Vakuumtrocknungsprozessen durch Regelung des Ansaugdruckes der Vakuumpumpe entsprechend deren Wasserdampfverträglichkeit

Membranregler gedrosselt, bis der Ansaugdruck der Vakuumpumpe wieder unter den eingestellten Maximalschaltpunkt abgesunken ist. Danach schließt das Ventil V1.

In Abhängigkeit von der anfallenden Dampfmenge wird der Durchsatz des Membranreglers durch Erhöhen bzw. Erniedrigen des Referenzdruckes jeweils so eingestellt, daß der maximal zulässige Wasserdampfpartialdruck am Saugstutzen der Vakuumpumpe nie überschritten wird.

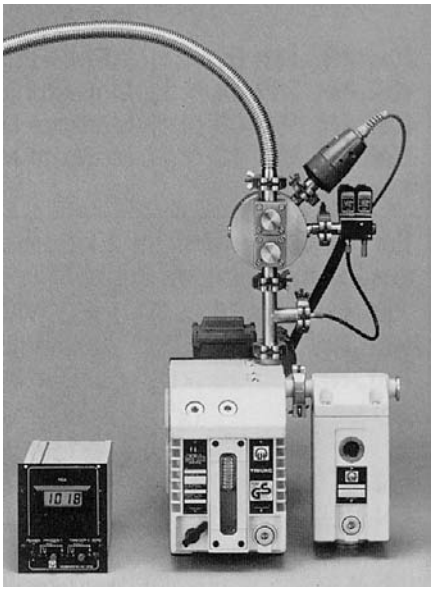
Sobald der Druck in der Prozeßkammer gegen Ende des Trocknungsprozesses unter den eingestellten Minimalschaltpunkt absinkt, öffnet das Ventil V2 und bleibt offen. Damit steht wieder der ungedrosselte Querschnitt des Membranreglers für eine rasche Endtrocknung zur Verfügung. Gleichzeitig kann über den Drucksensor DS der Verlauf der Endtrocknung kontrolliert werden.

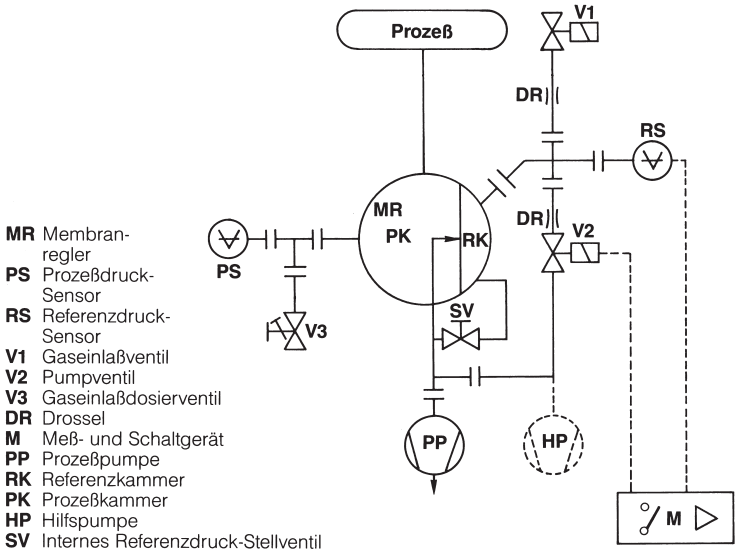
2) Druckregelung durch Membranregler mit externer, automatischer Referenzdruckeinstellung.

Für automatische Vakuumprozesse mit geregeltem Prozeßdruck ist es oft erforderlich, das auch die Voreinstellung des gewünschten Solldruckes automatisch abläuft und überwacht wird. Bei Verwendung eines Membranreglers ist dies durch Ausrüstung der Referenzkammer mit einem Meß- und Schaltgerät und einem Steuerventilblock an der Referenzkammer möglich. Das Prinzip dieser Anordnung ist in Abb. 7.33 dargestellt.

Funktionsweise: Ausgehend vom Atmosphärendruck wird bei Start des Prozesses zunächst das Gaseinlaßventil V1 geschlossen. Das Pumpventil V2 öffnet. Die Prozeßkammer wird nun solange evakuiert, bis dort und in der Referenzkammer des Membranreglers, der am Meß- und Schaltgerät vorgewählte Solldruck erreicht ist. Bei unterschreiten der eingestellten Schaltschwelle schließt das Pumpventil V2. Damit ist der erreichte Druckwert als Referenzdruck in der Referenzkammer RK des Membranreglers MR „eingesperrt". Nun wird der Prozeßdruck über den Membranregler MR automatisch entsprechend dem eingestellten Referenzdruck konstant gehalten. Sollte der Referenzdruck im Prozeßverlauf durch eine Undichtheit ansteigen, so wird dies automatisch über das Meß- und Steuergerät erfaßt und durch kurzzeitiges Öffnen des Pumpventils V2 korrigiert. Diese zusätzliche Kontrollfunktion erhöht die Betriebssicherheit und erweitert die Anwendungsmöglichkeiten. Das Nachführen des angestiegenen Referenzdruckes auf den ursprünglich eingestellten Wert ist insbesondere für geregelte Heliumkreisläufe interessant, weil der Druckanstieg in der Referenzkammer RK des Membranreglers infolge der nicht vermeidbaren Helium-Durchlässigkeit der Reglermembran aus FPM sich durch diese Anordnung kompensieren läßt.

Um ein Verändern des Referenzdruckes und damit des Prozeßdruckes zu höheren Drücken hin realisieren zu können, muß zusätzlich auch an der Prozeßkammer ein Gaseinlaßventil angebracht werden, das über einen Differenzdruckschalter (in Abb. 7.33 nicht gezeichnet) geöffnet wird, wenn der gewünschte, höhere Prozeßdruck den augenblicklichen Prozeßdruck um mehr als die am Differenzdruckschalter eingestellte Druckdifferenz überschreitet.





MR Membranregler
PS Prozeßdruck-Sensor
RS Referenzdruck-Sensor
V1 Gaseinlaßventil
V2 Pumpventil
V3 Gaseinlaßdosierventil
DR Drossel
M Meß- und Schaltgerät
PP Prozeßpumpe
RK Referenzkammer
PK Prozeßkammer
HP Hilfspumpe
SV Internes Referenzdruck-Stellventil

Abb. 7.33
Membranregler mit externer, automatischer Referenzdruckregelung

8 Massenspektrometrische Gasanalyse bei niedrigen Drücken

8.1 Allgemeines

Gasanalysen bei niedrigen Drücken sind nicht nur im spezielleren Gebiet der eigentlichen Vakuumtechnik nützlich, wie etwa bei der Restgasanalyse einer Vakuumpumpe, der Dichtheitsprüfung einer Flanschverbindung oder von Versorgungsleitungen im Vakuum (Druckluft, Wasser), sondern auch in dem weiten Feld vakuumtechnischer Anwendungen und Verfahren. Als Beispiel sei hier die Prozeßgasanalyse bei der Herstellung dünner Schichten genannt. Die zur qualitativen und/oder quantitativen Gasanalyse verwendeten Geräte sind speziell entwickelte Massenspektrometer mit sehr kleinen Abmessungen, die wie jedes andere Vakuummeter unmittelbar an das Vakuumsystem angeschlossen werden können. Hierdurch unterscheiden sich diese Meßgeräte von anderen Massenspektrometern, wie sie beispielsweise für die chemische Gasanalyse benutzt werden. Solche Geräte eignen sich z. B. schlecht als Partialdruck-Meßgeräte, weil sie zu groß sind, eine lange Verbindungsleitung zum Vakuumbehälter erfordern und nicht mit diesem zusammen ausheizbar sind. Auch ist der Aufwand eines analytischen Massenspektrometers unnötig groß, weil zur Partialdruckmessung u. a. geringere Anforderungen an das Auflösungsvermögen gestellt werden. Unter dem Begriff Partialdruck wird der Teildruck verstanden, den eine bestimmte Gasart eines Gasgemisches hat. Die Summe der Teildrücke aller Gasarten ergibt den Totaldruck. Die Gasarten unterscheiden sich im wesentlichen durch ihre molare Masse. Die Analyse soll daher in erster Linie die Gasanteile innerhalb eines Systems qualitativ bezüglich der molaren Masse und quantitativ bezüglich der mengenmäßigen Anteile der einzelnen, den verschiedenen Massenzahlen zuzuschreibenden Gasarten erfassen.

Die gebräuchlichen Partialdruck-Meßgeräte bestehen aus dem eigentlichen Meßsystem (Sensor) und dem zu dessen Betrieb erforderlichen Bedienungsgerät. Der Sensor enthält die Ionenquelle, das Trennsystem und den Ionenfänger. Die Trennung von Ionen unterschiedlicher Masse und Ladung erfolgt häufig durch Ausnutzung von Resonanzerscheinungen der Ionen in elektrischen und magnetischen Feldern.

Die Bedienungsgeräte waren am Anfang recht unhandlich und boten unzählige Manipulationsmöglichkeiten, die oft nur von Physikern gehandhabt und genutzt werden konnten. Mit der Einführung der PC's wurden die Anforderungen an die Bedienungsgeräte immer größer. Zunächst wurden sie mit Rechner-Schnittstellen ausgestattet, später versuchte man einen PC mit einer zusätzlichen Meßkarte für den Betrieb des Sensors auszurüsten. Die heutigen Sensoren sind Transmitter, die mit einer unmittelbar atmosphärenseitig angebrachten, elektrischen Versorgungseinheit ausgerüstet sind, von der die Kommunikation über die üblichen Rechnerschnittstellen (RS 232 C, RS 485 C) mit einem PC erfolgt. Der Bedienungskomfort liegt in der Software, die auf dem PC läuft.

8.2 Geschichtliches

Seit Thomson's erstem Versuch zur Bestimmung des Verhältnisses von Ladung zu Masse e/m des Elektrons im Jahre 1897 dauerte es lange Zeit bis in den 50er Jahren eine ganze Reihe verschiedener Analysen-Systeme in der Vakuumtechnik zur Anwendung kam: Omegatron, Topatron und schließlich das von Paul und Steinwedel 1958 vorgeschlagene Quadrupol-Massenspektrometer, das bei Leybold in serienmäßiger Ausführung als TRANSPECTOR 2 zur Verfügung steht (siehe Abb. 8.1). Die ersten prozeßtechnischen Anwendungen der Massenspektrometrie in der Vakuumtechnik stammen vermutlich aus den Jahren 1943/44 von Backus. Er machte damals in den „Radiographic Laboratories der University of California" Untersuchungen zur Trennung von Uran-Isotopen und verwendete ein 180°-Sektorfeldspektrometer nach Dempster (1918), das er „vacuum analyzer" nannte. Noch heute wird in den USA und im UK gerne ein ähnlicher Ausdruck nämlich „residual gas analyzer" (RGA) statt Massenspektrometer verwendet. Die heutige Anwendung in der Prozeßkontrolle ist vor allem in der Produktion von Halbleiterbauteilen gegeben.

a Hochleistungs-Sensor mit Channeltron
b Kompakt-Sensor mit Micro-Channelplate
c Hochleistungs-Sensor mit Faraday-Cup

Abb.8.1 a
TRANSPECTOR 2-Sensoren

Abb. 8.1 b
TRANSPECTOR XPR 2-Sensor

8.3 Das Quadrupol-Massenspektrometer (TRANSPECTOR 2)

Der aus der Elektronenstoß-Ionenquelle extrahierte Ionenstrahl wird in ein Quadrupol-Trennsystem mit vier stabförmigen Elektroden gelenkt. Die Querschnitte der vier Stäbe bilden die Krümmungskreise einer Hyperbel, so daß das umgebende elektrische Feld annähernd hyperbolisch ist. Je zwei gegenüberliegende Stäbe haben gleiches Potential und zwar eine Gleichspannung und eine überlagerte, hochfrequente Wechselspannung (Abb. 8.2). Durch die angelegten Spannungen werden die im Zentrum zwischen den Stäben fliegenden Ionen zu Transversalschwingungen ange-

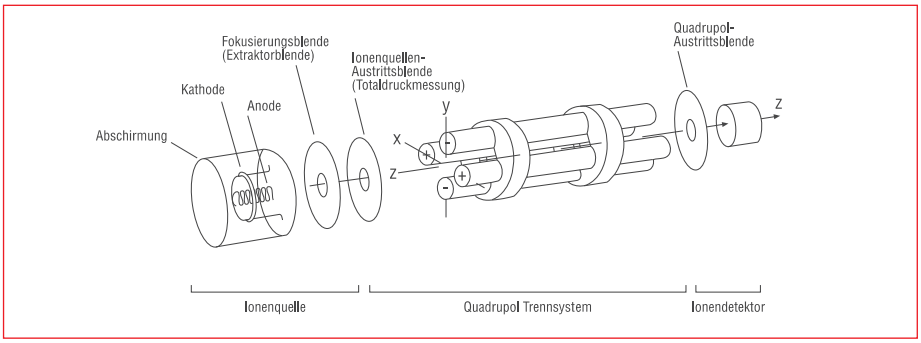


Abb. 8.2
Schema Quadrupol-Massenspektrometer

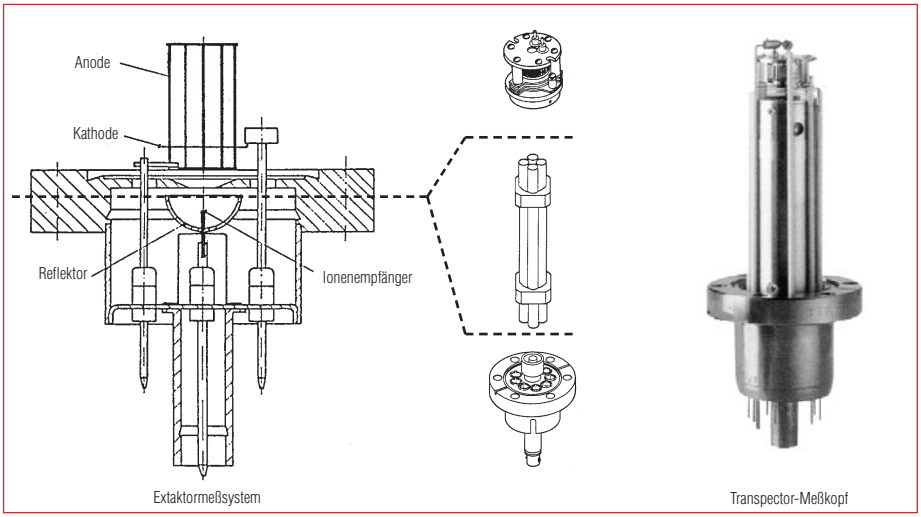


Abb. 8.3
Quadrupol-Massenspektrometer – Extraktor-Ionisations-Vakuummeter

regt. Die Amplituden fast aller Schwingungen eskalieren, so daß die Ionen auf die Stäbe treffen; nur für die Ionen mit einem bestimmten Verhältnis von Masse zu Ladung m/e ist die Resonanzbedingung für den Durchlaß erfüllt. Nach Austritt aus dem Trennsystem treffen die Ionen auf den Ionenfänger (Detektor, Faraday-Cup), der auch als Sekundär-Elektronen-Vervielfacher (SEV) ausgebildet sein kann.

Die geometrischen Abmessungen des Sensors bzw. des Trennsystems sind etwa 15 cm. Um zu erreichen, daß die Ionen von der Ionenquelle unbehindert bis zum Ionenfänger fliegen können, muß die mittlere freie Weglänge im Sensor deutlich größer als 15 cm sein. Für Luft und Stickstoff ist etwa $p \cdot \lambda = 6 \cdot 10^{-3}$ mbar.cm. Dem entspricht bei $p = 1 \cdot 10^{-4}$ mbar eine mittlere freie Weglänge von $\lambda = 60$ cm. Dieser Druck gilt allgemein als Mindest-Vakuum für Massenspektrometer. Die Notabschaltung der Kathode (bei zu hohem Druck) ist fast immer auf etwa $5 \cdot 10^{-4}$ mbar eingestellt. Der Wunsch, Quadrupolspektrometer auch bei höheren Drücken ohne besondere Druckwandler zu betreiben, hat bei INFICON zur Entwicklung des XPR 2-Sensors geführt (XPR steht für e**x**tended **p**ressure **r**ange). Um den für Sputterprozesse so wichtigen Bereich bis etwa $2 \cdot 10^{-2}$ mbar direkt messen zu können, wurde das Stabsystem von 12 cm auf eine Länge von 2 cm verkleinert. Damit Ionen die zum Erzielen einer sauberen Massentrennung nötige Anzahl von ca. 100 Transversalschwingungen ausführen können, mußte auch die Hochfrequenz des XPR-Sensors von rund 2 MHz auf etwa den 6-fachen Wert, nämlich auf 13 MHz angehoben werden. Trotz der Verkleinerung des Stabsystems gibt es bei so hohen Drücken noch immer eine durch Streuprozesse verminderte Ionenausbeute, so daß erst eine zusätzliche elektronische Korrektur eine einwandfreie Darstellung des Spektrums ermöglichte. Die Abmessungen des XPR 2-Sensors sind so klein, daß er vollkommen im Rohransatz des Anschlußflansches (DN 40 CF) verschwindet und damit im eigentlichen Rezipienten keinen Platz beansprucht. Abb. 8.1a zeigt den Größenvergleich der normalen Hochleistungssensoren mit und ohne Channeltron-SEV, den normalen Sensor mit Channelplate-SEV und Abb. 8.1b den XPR 2-Sensor. Das für den Sensor nötige Hochvakuum wird vielfach mit einer Turbo-Molekularpumpe TURBOVAC 50 und einer Drehschieberpumpe D 1,6 B erzeugt. Die Turbo-Molekularpumpe bietet durch ihr großes Kompressionsvermögen für hochmolekulare Gase auch den Vorteil, den Sensor bzw. seine Kathode vor Verunreinigungen aus Richtung der Vorpumpe ideal zu schützen.

8.3.1 Aufbau des Sensors

Man kann sich den Sensor aus einem Extraktor-Meßsystem (siehe Abb. 8.3) entstanden denken, wobei zwischen Ionenquelle und Ionenfänger das Trennsystem eingefügt wurde.

8.3.1.1 Die normale (offene) Ionenquelle

Die Ionenquelle besteht aus einer Anordnung von Kathode und Anode und mehreren Blenden. Der konstant gehaltene Emissionsstrom verursacht die teilweise Ionisation des Restgases, in das die Ionenquelle möglichst gut „eintauchen“ soll. Dabei wird das Vakuum in Umgebung des Sensors naturgemäß durch Ausheizen der Wände oder der Kathode beeinflußt. Die Ionen werden durch die Blenden in Richtung Trennsystem extrahiert. Eine der Blenden ist mit einem separaten Verstärker verbunden und dient – völlig unabhängig von der Ionentrennung – der fortwährenden Totaldruckmessung (siehe Abb. 8.4). Die Kathoden bestehen aus Iridiumdraht und haben eine

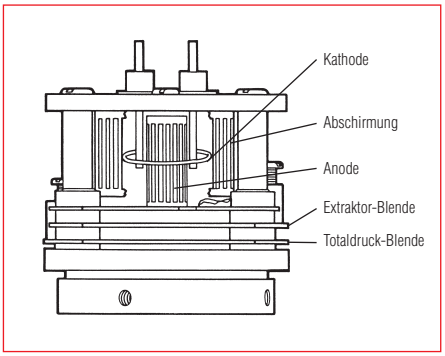


Abb. 8.4
Offene Ionenquelle

Massenspektrometer

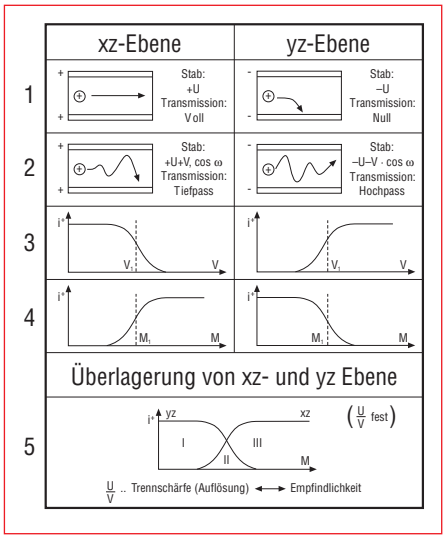


Abb. 8.5
Phänomenologische Erklärung des Trennsystem

Thoriumoxidbeschichtung zur Herabsetzung der Elektronenaustrittsarbeit. (Seit einiger Zeit wird das Thoriumoxid nach und nach durch Yttriumoxid ersetzt). Diese Beschichtungen setzen die Elektronenaustrittsarbeit herab, so daß der gewünschte Emmissionsstrom schon bei tieferen Kathodentemperaturen erreicht wird. Für Sonderanwendungen sind Wolfram-Kathoden (unempfindlich gegen Kohlenwasserstoffe, empfindlich gegen Sauerstoff) oder Rhenium-Kathoden (unempfindlich gegen Sauerstoff und Kohlenwasserstoffe, verdampft aber wegen seines hohen Dampfdruckes schon während des Betriebes langsam) erhältlich.

8.3.1.2 Das Quadrupol-Trennsystem

Hier erfolgt die Trennung der Ionen nach ihrem Masse/Ladung-Verhältnis. Die Physik lehrt, daß die Ablenkung von der Flugbahn von elektrisch geladenen Teilchen (Ionen) nur nach ihrem Verhältnis von Masse zu Ladung möglich ist, weil die Anziehung der Teilchen proportional zur Ladung erfolgt, aber das entgegengesetzt wirkende Beharrungsvermögen proportional ihrer Masse ist. Das Trennsystem besteht aus vier von einander isolierten, parallelen, kreisrunden Metallstäben, von denen je zwei gegenüberliegende Stäbe gleiches Potential haben. Abb. 8.2 zeigt schematisch die Anordnung der Stäbe und ihre Stromversorgung. Das elektrische Feld Φ im Inneren des Trennsystems entsteht durch Überlagerung einer Gleichspannung und einer hochfrequenten Wechselspannung:

$$\Phi = (U + V \cdot \cos \omega t) \cdot (x^2 - y^2) / r_0^2$$

r_0 = Radius des dem Stabsystem einschreibbaren Zylinders

Auf ein einfach geladenes, achsennah fliegendes Ion im Trennsystem wirken senkrecht zu seiner achsenparallelen Geschwindigkeit die Kräfte

$$F_x = -\frac{2e}{r_0^2} \cdot x \cdot \cos(\omega \cdot t)$$

$$F_y = -\frac{2e}{r_0^2} \cdot y \cdot \cos(\omega \cdot t)$$

$$F_z = 0$$

Die mathematische Behandlung dieser Bewegungsgleichungen führt auf die Mathieu'schen Differentialgleichungen. Es zeigt sich, daß es stabile und instabile Ionenbahnen gibt: Auf stabilen Bahnen bleibt der Abstand von der Trennsystemachse immer kleiner als r_0 (Durchlaßbedingung). Auf instabilen Bahnen wächst der Abstand von der Achse bis das Ion schließlich auf eine Staboberfläche prallt und entladen wird, also für den Detektor verloren geht (Sperrbedingung).

Auch ohne Lösung der Differentialgleichungen kann eine rein phänomenologische Erklärung gegeben werden, die zum Verstehen der wichtigsten Eigenschaften des Quadrupol-Trennsystems führt:

Zunächst stellen wir uns das Trennsystem aufgeschnitten vor und betrachten die Ablenkung eines einfach ionisierten, positiven Ions mit der Massenzahl M in zwei aufeinander senkrechten, jeweils durch die Mitte von 2 gegenüberliegenden Stäben und gehenden Ebenen. Wir gehen schrittweise vor und betrachten zuerst die xz-Ebene (Abb. 8.5, links) und dann die yz-Ebene (Abb. 8.5, rechts):

1. Nur Gleichspannungspotential U an den Stäben:

   xz-Ebene (links): Positives Stabpotential +U, es wirkt auf das Ion abstoßend und hält es in der Mittelachse, es erreicht den Kollektor (→ Durchlaß).

   yz-Ebene (rechts): Negatives Stabpotential -U, bei kleinsten Abweichungen von der Mittelachse wird das Ion zum näheren Stab gezogen und dort neutralisiert; Es erreicht den Kollektor nicht (→ Sperrung).

2. Überlagerung der Gleichspannung U mit Hochfrequenz $V \cdot \cos \omega t$:

   xz-Ebene (links) Stabpotential:
   $+U + V \cdot \cos \omega t$. Mit wachsender Wechselspannungsamplitude V wird das Ion zu Transversalschwingungen mit größer werdender Amplitude angeregt, bis es auf einen Stab trifft und neutralisiert wird. Für sehr große Werte von V bleibt das Trennsystem gesperrt.

   yz-Ebene (rechts) Stabpotential:
   $-U - V \cdot \cos \omega t$. Auch hier bewirkt die Überlagerung eine zusätzliche Kraft, so daß ab einem bestimmten Wert von V die Amplitude der Transversalschwingungen kleiner wird als der Stababstand und das Ion für sehr große V zum Kollektor passieren kann.

3. Ionenstrom $i^+ = i^+ (V)$, für eine feste Masse M:

   xz-Ebene (links): Für Spannungen $V < V1$ ist die zur Eskalation der Schwingungen führende Ablenkung kleiner als für V_1, also noch Durchlaßverhalten. Für $V > V_1$ reicht die Ablenkung für eine Eskalation aus, also Sperrung.

   yz-Ebene (rechts): Für Spannungen $V < V_1$ ist die zur Dämpfung der Schwingungen führende Ablenkung kleiner als für V_1 , also noch Sperrung. Für $V > V_1$ reicht die Dämpfung zur Beruhigung der Schwingung aus, also Durchlaß.

4. Ionenstrom $i^+ = i^+ (M)$ für ein festes Verhältnis U/V:

   Hier liegen die Verhältnisse gerade umgekehrt als bei $i^+ = i^+(V)$, weil der Einfluß von V auf leichte Massen größer ist, als auf schwere Massen.

   xz-Ebene: Für Massen $M < M_1$ ist die zur Eskalation der Schwingungen führende Ablenkung größer als bei M_1, also Sperrverhalten. Für $M > M_1$ reicht die Ablenkung nicht mehr für eine Eskalation, also Durchlaß.

   yz-Ebene: Für Massen $M < M_1$ ist die zur Dämpfung der Schwingungen führende Ablenkung größer als bei M_1, also Durchlaßverhalten. Für $M > M_1$ reicht die Dämpfung für eine Beruhigung nicht aus, also Sperrung.

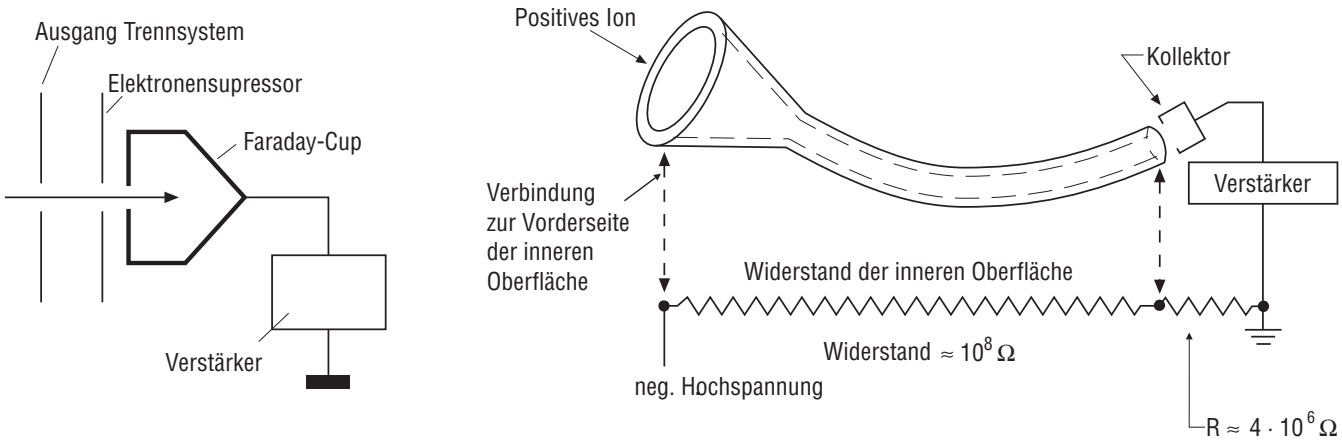


Abb. 8.6
Prinzip Faraday-Cup (links) , Aufbau Channeltron (rechts)

5. Zusammenfassung von xz- und yz-Ebene. Bei der Überlagerung der Ionenströme $i^+ = i^+(M)$, für beide Stabpaare (U/V = fest) gibt es drei wichtige Bereiche:

   Bereich I : Kein Durchlaß für M wegen Sperrverhalten des xz-Stabpaares.

   Bereich II : Die Durchlässigkeit des Stabsystems für die Masse M wird durch das Verhältnis U/V bestimmt (für andere Ionen kein Durchlaß). Wir sehen, daß große Durchlässigkeit (= hohe Empfindlichkeit) mit geringer Trennschärfe (= Auflösung, siehe 8.5.1) erkauft werden muß. Eine optimale Justierung des Trennsystems verlangt also einen Kompromiß zwischen diesen beiden Eigenschaften. Für konstante Auflösung bleibt das Verhältnis U/V über den ganzen Meßbereich gleich. Die Massenzahl M (siehe 8.5.2) der Ionen, die das Trennsystem passieren können muß der Bedingung genügen:

$$\frac{m}{e} \approx M = \frac{V}{14{,}438 \cdot f^2 \cdot r_0^2}$$

   V ... Hochfrequenzamplitude,
   r_0 ... „Quadrupolradius“,
   f ... Hochfrequenz

   Als Folge dieser linearen Abhängigkeit erhält man ein Massenspektrum mit linearer Massenskala durch gleichzeitige und proportionale Änderung von U und V.

   Bereich III : Kein Durchlaß für M wegen Sperrverhaltens des yz-Stabpaares.

8.3.1.3 Das Nachweissystem (Detektor)

Nach Austritt aus dem Trennsystem treffen die Ionen auf den Ionenfänger oder Detektor, der im einfachsten Fall wie ein Faraday'scher Käfig ausgebildet sein kann (Faraday-Cup). Jedenfalls werden auf den Detektor treffenden Ionen durch Elektronen aus dem Ionenfänger neutralisiert. Als eigentliches Meßsignal wird der entsprechende, elektrisch verstärkte Strom als „Ionenstrom“ angezeigt. Für größere Empfindlichkeit kann statt des Faraday-Cups ein Sekundär-Elektronen-Vervielfacher (SEV) eingesetzt werden.

Als SEV's werden Channeltrons oder Channelplates eingesetzt. SEV's sind fast trägheitslose Verstärker mit einer Anfangsverstärkung von etwa 10^{+6}, die zwar in der Zeit des ersten Gebrauches etwas abfällt, aber dann lange Zeit nahezu konstant bleibt. Abb. 8.6 zeigt links die prinzipielle Anordnung eines Faraday-Ionenfängers und rechts den Querschnitt durch ein Channeltron. Für die Aufzeichnung von Spektren sollte für die Scanzeit je Massenlinie t_0 und die Zeitkonstante des Verstärkers t etwa die Bedingung $t_0 = 10\,\tau$ gelten. Bei modernen Geräten, wie dem TRANSPECTOR 2 wird die freie Auswahl von Scanzeit und Verstärkerzeitkonstante durch die Mikroprozessorsteuerung auf sinnvolle Paarungen beschränkt.

8.4 Gaseinlaß und Druckanpassung

8.4.1 Dosierventil

Die einfachste Anpassung eines klassischen Massenspektometers an Drücke über $1 \cdot 10^{-4}$ mbar ist durch ein Dosierventil möglich. Sie hat aber den Nachteil, daß es wegen der nicht eindeutig definierten Strömungsverhältnisse zu einer Verfälschung der ursprünglichen Gaszusammensetzung kommen kann.

8.4.2 Druckwandler

Um auch ein Gasgemisch bei höherem Totaldruck als $1 \cdot 10^{-4}$ mbar untersuchen zu können, müssen entmischungsfrei arbeitende Druckwandler eingesetzt werden. Die Arbeitsweise eines derartigen Druckwandlers wird an Hand der Abb. 8.7 erklärt:

a. Prozeßdruck < 1 mbar: einstufiger Druckwandler. Aus dem Rezipienten wird Gas in molekularer Strömung über eine Blende mit dem Leitwert L_2 in die „Sensorkammer“ (mit eigenem Hochvakuumsystem) eingelassen. Die Molekularströmung verursacht eine Entmischung, ist aber vom Druck unabhängig (siehe Abschnitt 1.9). Die bei L_2 entstehende Entmischung wird durch eine zweite Blende mit molekularen Strömung zwischen Sensorkammer und Turbo-Molekularpumpe kompensiert.

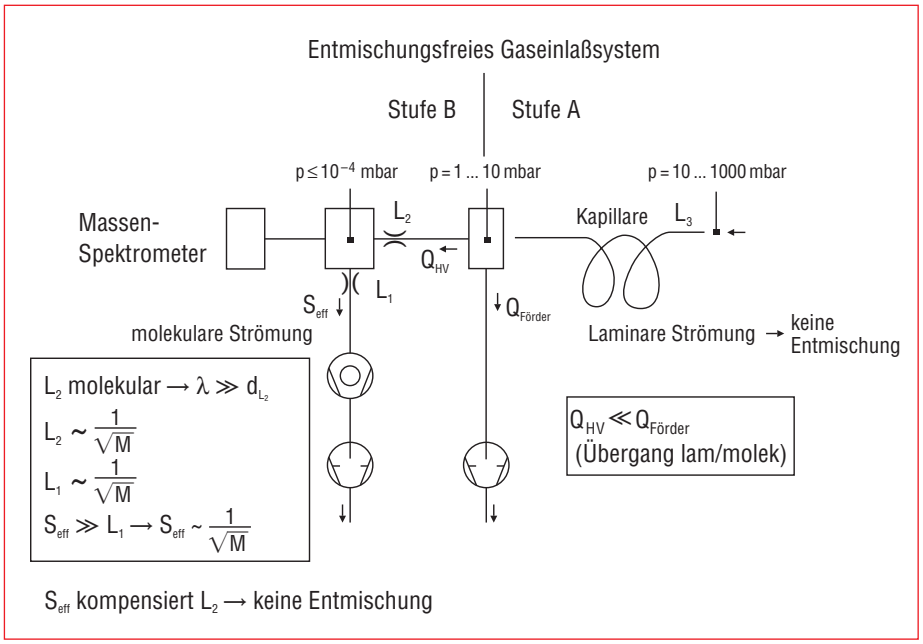


Abb. 8.7
Prinzip des Druckwandlers (einstufig: nur Stufe B und zweistufig: Stufen A und B)

b. Prozeßdruck > 1 mbar: zweistufiger Druckwandler. Mit einer kleinen (Drehschieber-) Pumpe wird aus dem Grobvakuumgebiet durch eine Kapillare oder Blende (Leitwert L_3) ein laminarer Gasstrom abgezweigt. Vor Eintritt in die Pumpe wird bei einem Druck von etwa 1 mbar ein kleiner Teil davon wieder über die Blende mit dem Leitwert L_2 als molekularer Strom in die Sensorkammer eingelassen.
Durch Beheizen von Druckwandler und Kapillare kann eine Verfälschung der Gaszusammensetzung durch Adsorption und Kondensation vermieden werden.

Zum Beurteilen der Beeinflussung der Gaszusammensetzung durch das Meßgerät selbst sind auch Angaben über die Ausheiztemperatur, Werkstoffe und Oberflächengröße der Metall-, Glas und Keramikbauteile und Werkstoff und Abmessungen der Kathode (nicht zuletzt auch über die Elektronenstoßenergie der Ionenquelle) nötig.

8.4.3 Geschlossene Inonenquelle (englisch: CIS für „closed ion source“)

Um alle Einflüsse, die von der Sensorkammer oder der Kathode stammen könnten, zurückzudrängen oder ganz zu vermeiden (z. B. Störung des CO-CO_2 Gleichgewichtes durch Heizen der Kathode) wird in vielen Fällen eine geschlossene Ionenquelle verwendet.

Die geschlossene Ionenquelle ist zweigeteilt: in einen Kathodenraum, wo die Elektronen emittiert werden und einen Stoßraum, wo die Stoß-Ionisation der Gasteilchen stattfindet. Die beiden Räume werden differentiell gepumpt: der Druck im Kathodenraum beträgt ca. 10^{-5} mbar, der im Stoßraum ca. 10^{-3} mbar. Das Gas aus dem Rezipienten wird über ein metallgedichtetes, ausheizbares Ventil (Druckwandler, UHV-Technik) in den Stoßraum eingelassen, wo die Ionisation bei ca. 10^{-3} mbar mit hoher Ionen-Ausbeute erfolgt. Die stoßenden Elektronen entstehen im Kathodenraum bei ca. 10^{-5} mbar und kommen durch kleine Öffnungen von dort in den Stoßraum. Insgesamt wird der Abstand Signal – Rauschen (Restgas) gegenüber der offenen Ionenquelle etwa um den Faktor 10^{+3} oder mehr vergrößert. Abb. 8.8 zeigt den prinzipiellen Unterschied der Anordnungen von offener und geschlossener Ionenquelle für eine typische Anwendung der Sputter-Technik. Durch den geänderten Aufbau der CIS gegenüber der offenen Ionenquelle sowohl bezüglich der Geometrie, als auch bezüglich der Elektronenenergie (offene Ionenquelle 102 eV, CIS 75 bzw. 35 eV) kann es bei Wahl einer kleineren Elektronenenergie zu anderen Bruchstückverteilungen kommen, z. B.: Das Isotop $Argon_{36}^{++}$ auf Masse 18 ist bei einer Elektronenenergie < 43,5 eV nicht nachweisbar und kann daher beiden technisch so wichtigen Sputterprozessen mit Argon als Arbeitsgas die Anzeige von H_2O^+ auf Masse 18 nicht verfälschen.

8.4.4 AGM (Aggresiv Gas Monitor)

In vielen Fällen ist das zu untersuchende Prozeßgas so aggresiv, daß die Kathode nur kurze Zeit überleben würde. Der AGM nutzt die Eigenschaft der laminaren Strömung, daß es keine wie immer geartete „Rückströmung“ gibt. Von der Arbeitsgaszufuhr des Prozesses wird, über ein separates AGM-Ventil gesteuert, ein Teil als „Spülgas“ vor den Druckwandler zum TRANSPECTOR 2 eingespeist und verursacht eine Strömung in Richtung Rezipient. Dadurch kann nur bei geschlossenem AGM-Ventil Prozeßgas zum TRANSPECTOR 2 gelangen; bei geöffneten Ventil sieht der TRANSPECTOR 2 reines Spülgas. Abb. 8.9 zeigt das AGM-Prinzip.

8.5 Massenspektrometrische Kenngrößen (Spezifikationen)

Ein Partialdruck-Meßgerät wird im wesentlichen durch folgende Eigenschaften charakterisiert (DIN 28 410):

8.5.1 Linienbreite (Auflösung)

Die Linienbreite ist ein Maß für die Unterscheidbarkeit zweier benachbarter Linien gleicher Höhe. Meist ist die Auflösung angegeben. Sie ist definiert als: $R = M / \Delta M$ und ist für Quadrupolspektrometer über den ganzen Massenbereich konstant, etwas größer als 1 bzw. $\Delta M < 1$.

Häufig wird auch ein Ausdruck wie „Einheitsauflösung mit 15% Tal“ gebraucht. Damit ist gemeint, daß die Talsole zwischen zwei gleich großen, benachbarten Peaks 15% der Peakhöhe beträgt oder anders ausgedrückt die Linienbreite ΔM eines Einzelpeaks beträgt in 7,5% seiner Höhe gleich 1 amu (atomic mass unit); siehe dazu die schematische Darstellung in Abb. 8.10.

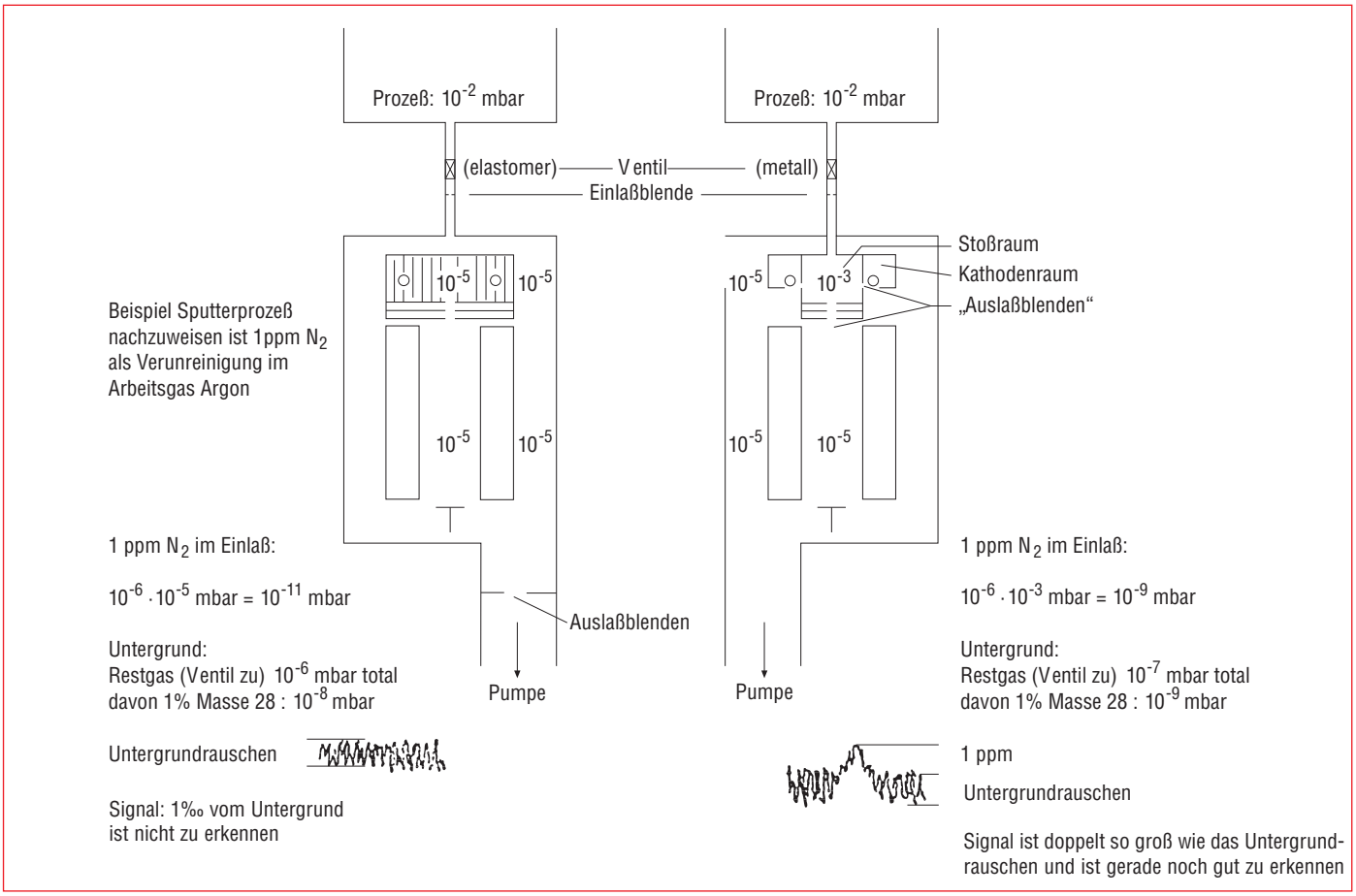


Abb. 8.8
Offene Ionenquelle (links) und geschlossene Ionenquelle (rechts)

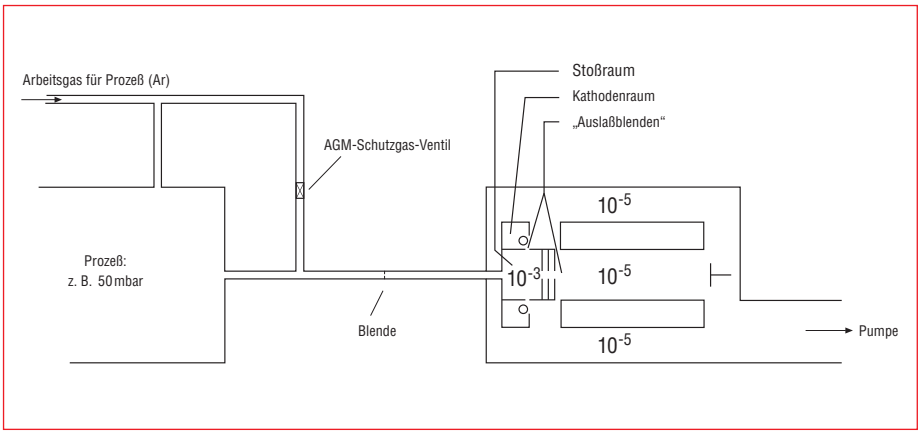


Abb. 8.9
Prinzip des Aggressiv Gas Monitors (AGM)

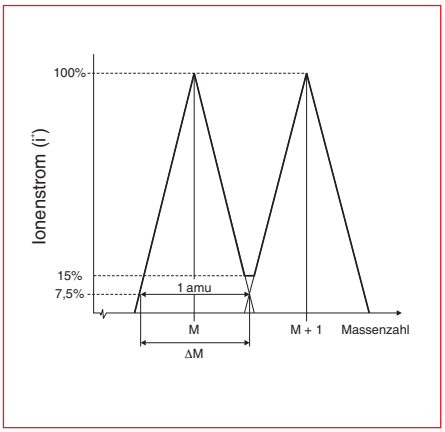


Abb. 8.10
Linienbreite – 15% Tal

8.5.2 Massenbereich

Der Massenbereich ist durch die Massenzahlen der leichtesten und der schwersten einfach geladenen Ionen gekennzeichnet, die mit dem Gerät nachgewiesen werden können.

8.5.3 Empfindlichkeit

Die Empfindlichkeit E ist der Quotient aus gemessenem Ionenstrom und zugehörigem Partialdruck und wird meist für Argon oder Stickstoff angegeben:

$$E = \frac{i^+}{p_G}\left(\frac{A}{mbar}\right) \qquad (8.1)$$

Typische Werte sind:

Faraday cup: $E = 1 \cdot 10^{-4} \frac{A}{mbar}$

SEV: $E = 1 \cdot 10^{+2} \frac{A}{mbar}$

Massenspektrometer

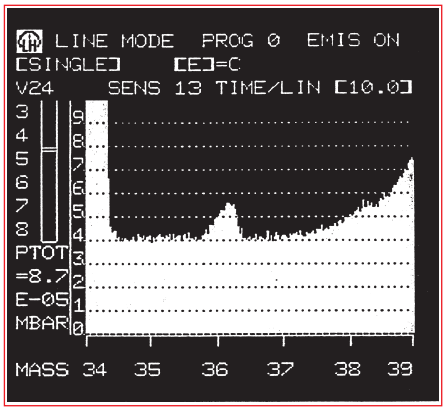


Abb. 8.11
Nachweis von Argon$_{36}$

8.5.4 Kleinster nachweisbarer Partialdruck

Der kleinste nachweisbare Partialdruck ist als Verhältnis von Rauschamplitude zu Empfindlichkeit definiert:

$$p_{min} = \frac{\Delta i_R^+}{E} \text{ (mbar)}$$

Δi_R^+ = Rauschamplitude

Beispiel (aus Abb. 8.11):

Empfindlichkeit $E = 1 \cdot 10^{-4} \frac{A}{mbar}$

Rauschamplitude $\Delta i_R^+ = 4 \cdot 10^{-14}$ A

$$p_{min}(FC) = \frac{4 \cdot 10^{-14} A}{1 \cdot 10^{-4} A/mbar} = 4 \cdot 10^{-10} \text{ mbar}$$

8.5.5 Kleinstes nachweisbares Partialdruckverhältnis (Konzentration)

Die Definition lautet:

k.n.P.V. = p_{min}/p_{tot} (ppm)

Diese für den praktischen Gebrauch etwas „unhandliche“ Definition soll an Hand des Nachweises von Argon$_{36}$ in Luft als Beispiel erläutert werden: In Luft ist 0,93 Vol.% Ar enthalten; die relativen Isotopenhäufigkeiten von Ar_{40} zu Ar_{36} verhalten sich wie 99,6% zu 0,337%. Daraus errechnet man den Anteil von Ar_{36} in Luft:

$0{,}933 \cdot 10^{-2} \cdot 0{,}337 \cdot 10^{-2} = 3{,}14 \cdot 10^{-5} = 31{,}4$ ppm

Abb. 8.11 zeigt den Bildschirmausdruck der Messung. In der Abbildung wird die Peakhöhe von Ar_{36} mit $1{,}5 \cdot 10^{-13}$ A und die Rauschamplitude Δi_R^+ mit $4 \cdot 10^{-14}$ A bestimmt. Für die minimal nachweisbare Konzentration gilt Peakhöhe = Rauschamplitude. Die Rauschamplitude ist in unserem Beispiel um den Faktor $1{,}5 \cdot 10^{-13}$ A / $4 \cdot 10^{-14}$ A = 3,75 größer als der gemessene Ar_{36}- Peak. Der gleiche Faktor muß auch auf die (kleine) Konzentration von Ar_{36} angewendet werden, um das kleinste nachweisbare Partialdruckverhältnis zu berechnen. Diese Rechnung ergibt für das kleinste nachweisbare Partialdruckverhältnis (die kleinste nachweisbare Konzentration):

k.n.P.V. = 31,4 / 3,75 = 8,37 ppm.

8.5.6 Linearitätsbereich

Der Linearitätsbereich ist der Druckbereich des Bezugsgases (N_2, Ar), in dem die Empfindlichkeit innerhalb anzugebender Grenzen (bei Partialdruck-Meßgeräten ±10 %) konstant bleibt.

Im Bereich unterhalb von $1 \cdot 10^{-6}$ mbar ist der Zusammenhang zwischen Ionenstrom und Partialdruck streng linear. Zwischen $1 \cdot 10^{-6}$ mbar und $1 \cdot 10^{-4}$ mbar gibt es geringe Abweichungen vom linearen Zusammenhang. Diese wachsen oberhalb von $1 \cdot 10^{-4}$ mbar stärker an, bis es schließlich im Bereich oberhalb von 10^{-2} mbar den Ionen in der dichten Gasatmosphäre nicht mehr möglich ist, den Ionenfänger zu erreichen. Die Notabschaltung der Kathode (bei zu hohem Druck) ist fast immer auf etwa $5 \cdot 10^{-4}$ mbar eingestellt. Es ergeben sich je nach Fragestellung unterschiedliche Obergrenzen für den Einsatz:

Für analytische Anwendungen sollte $1 \cdot 10^{-6}$ mbar möglichst nicht überschritten werden. Für anschauliche Darstellungen der Gaszusammensetzung und Partialdruckregelungen ist auch der Bereich von $1 \cdot 10^{-6}$ mbar bis $1 \cdot 10^{-4}$ mbar noch geeignet (siehe Abb. 8.12).

8.5.7 Angaben über Oberflächen und Ausheizbarkeit

Zum Beurteilen eines Sensors gehören auch Angaben über Ausheiztemperatur (während der Messung oder bei abgeschalteter Kathode bzw. SEV), Werkstoffe und Oberflächengröße der Metall-, Glas und Keramikbauteile und Werkstoff und Abmessungen der Kathode und auch über die Elektronenstoßenergie der Ionenquelle (einstellbar ja/nein). Diese Werte sind für einen störungsfreien Betrieb und für eine etwaige Beeinflussung der Gaszusammensetzung durch den Sensor selbst wichtig.

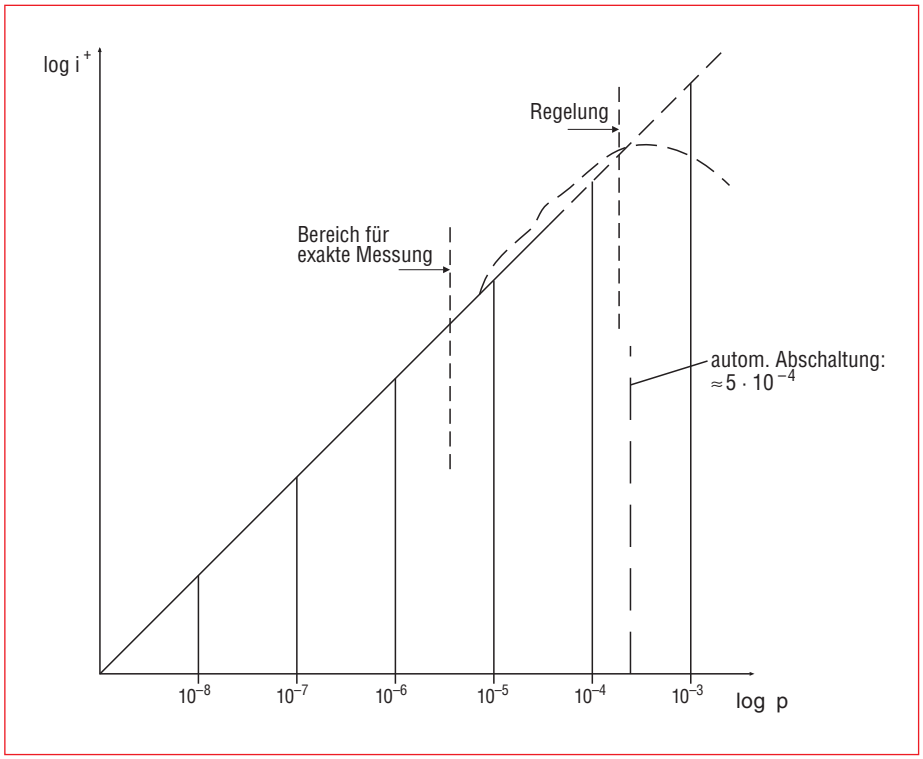


Abb. 8.12
Qualitativer Linearitätsverlauf

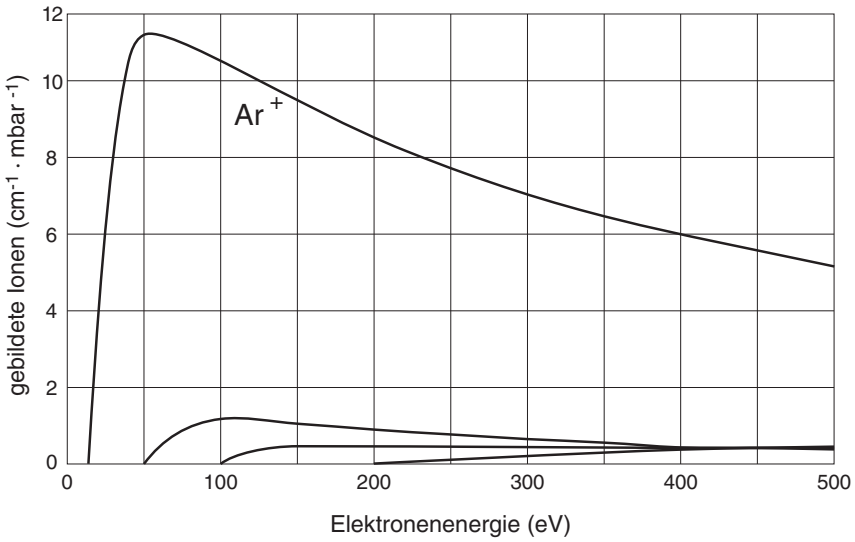


Abb. 8.13
Zahl der verschiedenen Ar-Ionen in Abhängigkeit von der Elektronenenergie

8.6 Auswertung von Spektren

8.6.1 Ionisierung und grundsätzliche Probleme der Gasanalyse

Der durch stetige Änderung der an den Elektroden des Trennsystems angelegten Spannungen („scanning“) sich ergebende Zusammenhang zwischen Ionenstrom i^+ und der dem m/e-Verhältnis proportionalen „Massenzahl“

$$M = \frac{M_r}{n_e} \qquad (8.2)$$

M_r = relative, molare Masse,
n_e = Anzahl der Elementarladungen e

entsteht das sogenannte Massenspektrum als $i^+ = i^+(M)$. Das Spektrum zeigt also die Peaks i^+ als Ordinate über der Massenzahl M als Abszisse. Eine der Schwierigkeiten bei der Interpretation eines derartigen Massenspektrums besteht darin, daß ein und dieselbe Masse gemäß Gleichung (8.2) zu verschiedenen Ionenarten gehören kann. Typische Beispiele unter vielen anderen sind: Für die Ionen CH_4^+ und O_2^{++} ist die Massenzahl M = 16; für CO^+, N_2^+ und $C_2H_4^+$ ist M = 28! Folgende Punkte müssen daher bei der Auswertung von Spektren besonders berücksichtigt werden:

1) Bei **Isotopen** haben wir es bei gleicher Kernladungszahl (Gasart) mit unterschiedlicher Positronenzahl im Kern (Masse) des Ions zu tun. Einge Werte relativer Isotopenhäufigkeit sind in Tabelle 8.2 zusammengestellt.

2) Je nach Energie des stoßenden Elektrons (= Potentialdifferenz Kathode – Anode) können Ionen einfach oder auch mehrfach ionisiert sein. Beispielsweise findet man Ar^+ bei Masse 40, Ar^{++} bei Masse 20 und Ar^{+++} bei Masse 13,3. Bei Masse 20 findet man aber auch Neon Ne^+. Für alle Ionisierungsstufen jeder Gasart gib es Schwellenergien der stoßenden Elektronen, d. h. jede Ionenart kann erst oberhalb der zugehörigen Energieschwelle gebildet werden. Abb. 8.13 zeigt dies für Ar.

3) Die **spezifische Ionisierung** der verschiedenen Gase S_{Gas}, das ist die Anzahl der je cm und mbar durch Zusammenstöße mit Elektronen gebildeten Ionen, die von Gasart zu Gasart schwankt. Für die meisten Gase ist die Ionenausbeute bei einer Elektronenenergie zwischen etwa 80 und 110 eV am größten, siehe Abb. 8.14.

In der Praxis wird die unterschiedliche Ionisierung der einzelnen Gase durch eine Normierung auf Stickstoff berücksichtigt und es werden **relative Ionisierungs-**

Element	Ordnungszahl	Massenzahl	Relative Häufigkeit
H	1	1 2	99,985 0,015
He	2	3 4	0,00013 ≈ 100,0
B	5	10 11	19,78 80,22
C	6	12 13	98,892 1,108
N	7	14 15	99,63 0,37
O	8	16 17 18	99,759 0,0374 0,2039
F	9	19	100,0
Ne	10	20 21 22	90,92 0,257 8,82
Na	11	23	100,0
Al	13	27	100,0
Si	14	28 29 30	92,27 4,68 3,05
P	15	31	100,0
S	16	32 33 34 36	95,06 0,74 4,18 0,016
Cl	17	35 37	75,4 24,6
Ar	18	36 38 40	0,337 0,063 99,60
Kr	36	78 80 82 83 84 86	0,354 2,27 11,56 11,55 56,90 17,37
Xe	54	124 126 128 129 130 131 132 134 136	0,096 0,090 1,919 26,44 4,08 21,18 26,89 10,44 8,87

Tabelle 8.2
Relative Isotopen-Häufigkeit

Massenspektrometer

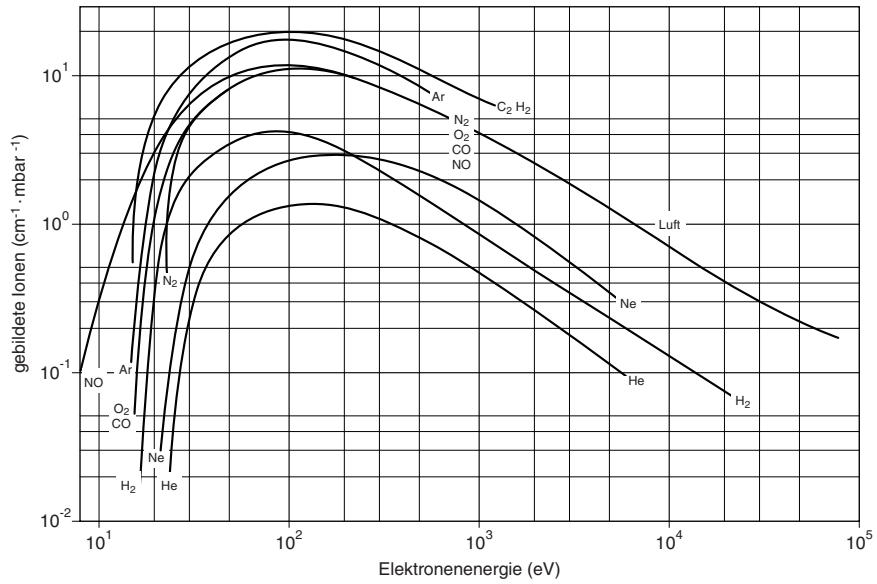


Abb. 8.14
Spezifische Ionisierung S durch Elektronen der Energie E für verschiedene Gase

Wahrscheinlichkeiten (RIW) gegenüber Stickstoff angegeben (Tabelle 8.3).

4) Zu guter Letzt werden die Gasmoleküle bei der Ionisation oft in Bruchstücke zerschlagen. Die entstehenden **Bruchstückverteilungen** sind sogenannte charakteristische Spektren (**finger print, cracking pattern**). Achtung: In Tabellen sind die einzelnen Bruchstücke normiert angegeben: entweder auf den höchsten Peak (in % bzw. ‰ des höchsten Peaks) oder normiert auf die Summe aller Peaks (siehe Beispiele in Tabelle 8.4).

Sowohl die Art der entstehenden Bruchstücke als auch die Möglichkeit der Mehrfachionisation sind von der Geometrie (unterschiedliche Ionenzahl, je nach Länge des Ionisationsweges) und von der Energie der stoßenden Elektronen (Schwellenergie für bestimmte Ionenarten) abhängig. Tabellenwerte beziehen sich immer auf eine bestimmte Ionenquelle mit bestimmter Elektronenenergie. Deshalb können Ergebnisse von Geräten unterschiedlicher Hersteller nur schwer miteinander verglichen werden.

Oft wird durch eine kritische Diskussion des Spektrums der wahrscheinliche Partialdruck-Anteil einer der betreffenden Massen abgeschätzt. So wird das Vorhandensein von Luft im Rezipienten (was auf ein Leck hindeuten kann) dadurch angezeigt, daß O_2^+ mit Masse 32 mit etwa 1/4 des Anteils von N_2^+ mit Masse 28 nachgewiesen wird. Ist dagegen kein Sauerstoff im Spektrum nachzuweisen, so deutet der Peak bei Masse 28 auf Kohlenmonoxid hin. In diesem Fall tritt durchweg die Masse 44 (CO_2^+) neben 28 (CO_2^{++}) auf. Andererseits findet sich im Fall der Anwesenheit von Stickstoff neben der Masse 28 (N_2^+) auch stets die Masse 14 (N_2^{++}) im Spektrum; bei Kohlenmonoxid erscheinen dagegen neben CO^+ stets noch die Bruchstück-Massen 12 (C^+) und 16 (O_2^{++}).

Abb. 8.15 zeigt am einfachen Beispiel eines „Modellspektrums“, mit Überlagerungen von Wasserstoff, Stickstoff, Sauerstoff, Wasserdampf, Kohlenmonoxid, Kohlendioxid, Neon und Argon die Problematik bei der Spektren-Auswertung.

Gasart	Symbol	RIW	Gasart	Symbol	RIW
Aceton	$(CH_3)_2CO$	3,6	Chlorwasserstoff	HCl	1,6
Luft		1,0	Fluorwasserstoff	HF	1,4
Ammoniak	NH_3	1,3	Iodwasserstoff	HJ	3,1
Argon	Ar	1,2	Schwefelwasserstoff	H_2S	2,2
Benzol	C_6H_6	5,9	Jod	J_2	
Benzoesäure	C_6H_5COOH	5,5	Krypton	Kr	1,7
Brom	Br	3,8	Lithium	Li	1,9
Butan	C_4H_{10}	4,9	Methan	CH_4	1,6
Kohlendioxid	CO_2	1,4	Methanol	CH_3OH	1,8
Schwefelkohlenstoff	CS_2	4,8	Neon	Ne	0,23
Kohlenmonoxid	CO	1,05	Stickstoff	N_2	1,0
Tetrachlorkohlenstoff	CCl_4	6,0	Stickoxid	NO	1,2
Chlorbenzol	C_6H_4Cl	7,0	Stickstoffdioxid	N_2O	1,7
Chlorethan	C_2H_3Cl	4,0	Sauerstoff	O_2	1,0
Chloroform	$CHCl_3$	4,8	n-Pentan	C_5H_{17}	6,0
Chlormethan	CH_3Cl	3,1	Phenol	C_6H_5OH	6,2
Cyclohexen	C_6H_{12}	6,4	Phosphin	PH_3	2,6
Deuterium	D_2	0,35	Propan	C_3H_8	3,7
Dichlordiflourmethan	$CCl_{12}F_2$	2,7	Silberperchlorat	$AgClO_4$	3,6
Dichlormethan	CH_2Cl_2	7,8	Zinnjodid	SnJ_4	6,7
Dinitrobenzol	$C_6H_4(NO_2)_2$	7,8	Schwefeldioxid	SO_2	2,1
Ethan	C_2H_6	2,6	Schwefelhexaflourid	SF_6	2,3
Ethanol	C_2H_5OH	3,6	Toluol	$C_6H_5CH_3$	6,8
Ethylenoxid	$(CH_2)_2O$	2,5	Trinitrobenzol	$C_6H_3(NO_2)_3$	9,0
Helium	He	0,14	Wasserdampf	H_2O	11,0
Hexan	C_6H_{14}	6,6	Xenon	Xe	3,0
Wasserstoff	H_2	0,44	Xylole	$C_6H_4(CH_3)_2$	7,8

Tabelle 8.3
Relative Ionisierungswahrscheinlichkeiten RIW gegenüber Stickstoff, Elektronenenergie 102 eV

8.6.2 Partialdruckmessung

Die Zahl der in der Ionenquelle aus einem Gas gebildeten Ionen I^+_{Gas} ist proportional dem Emissionsstrom I^-, der spezifischen Ionisation S_{Gas}, einem Geometriefaktor f, der den Ionisationsweg in der Ionenquelle representiert, und dem Partialdruck p_{Gas}. Diese Zahl der produzierten Ionen wird per Definition der Empfindlichkeit E_{Gas} mal dem Partialdruck p_{Gas} gleich gesetzt. Da nur ein kleiner Bruchteil (≈ 1%) der gebildeten Ionen durch die Blenden des Trennsystems zum Ionenfänger gelangt muß die Zahl der gebildeten Ionen noch mit einem Faktor für die ionenoptische Transmission (Transmissionsfaktor TF) und wenn der Nachweis mit einem Sekundärelektronenvervielfacher (SEV) erfolgt mit einen Nachweisfaktor NF multipliziert werden um die Zahl der vom Ionenfänger gemessenen Ionen zu berechnen. TF hängt nur von der Masse m der gemessenen ab. Ungefähr gilt $TF_m \approx 28/m$. NF hängt von der Masse der gemessenen Ionen und von den chemischen Eigenschaften des Gases ab.

Elektronenenergie :			75 eV (PGA 100)		102 eV (Transpector)	
Gas	Symbol	Masse	Σ = 100 %	größter Peak = 100 %	Σ = 100 %	größter Peak = 100 %
Argon	Ar	40	74,9	100	90,9	100
		20	24,7	33,1	9,1	10
		36				0,3
Kohlendioxid	CO_2	45	0,95	1,3	0,8	1
		44	72,7	100	84	100
		28	8,3	11,5	9,2	11
		16	11,7	16,1	7,6	9
		12	6,15	8,4	5	6
Kohlenmonoxid	CO	29	1,89	2,0	0,9	1
		28	91,3	100	92,6	100
		16	1,1	1,2	1,9	2
		14	1,7	1,9		0,8
		12	3,5	3,8	4,6	5
Neon	Ne	22	9,2	10,2	0,9	11
		20	89,6	100	90,1	100
		10	0,84	0,93	9	4
Sauerstoff	O_2	34	0,45	0,53		
		32	84,2	100	90,1	100
		16	15,0	17,8	9,9	11
Stickstoff	N_2	29	0,7	0,8	0,9	1
		28	86,3	100	92,6	100
		14	12,8	15	6,5	12
Wasserdampf	H_2O	19	1,4	2,3		
		18	60	100	74,1	100
		17	16,1	27	18,5	25
		16	1,9	3,2	1,5	2
		2	5,0	8,4	1,5	2
		1	15,5	20	4,4	6

Tabelle 8.4
Bruchstückverteilung für einige Gase bei 75 eV und 102 eV

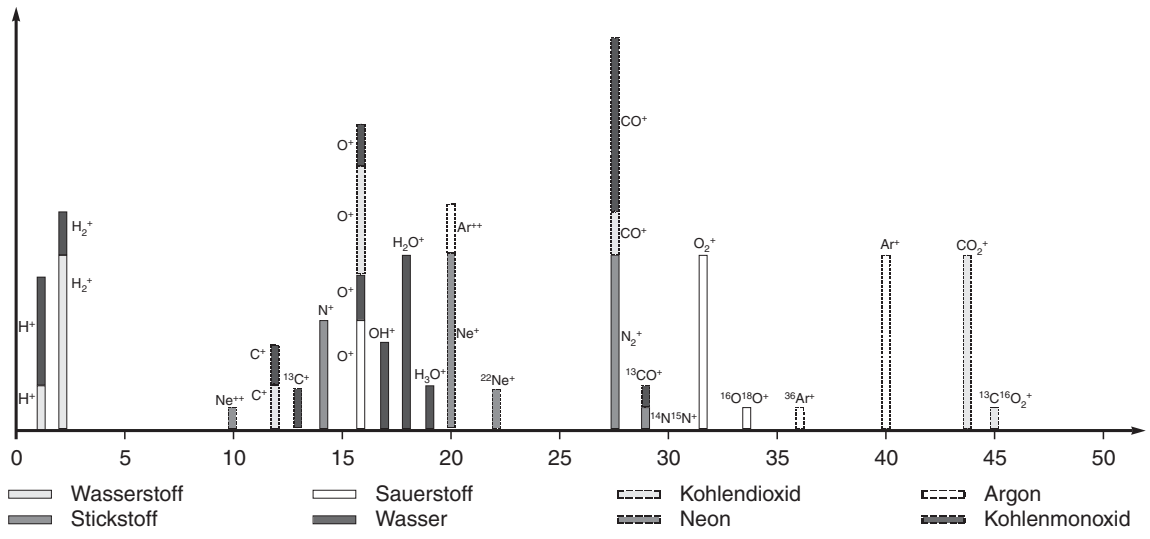
Für Stickstoff gilt daher:

$$\underbrace{I^- \cdot S_{N2} \cdot f \cdot p_{N2}}_{\text{produziert}} \cdot TF_{N2(28)} \cdot NF_{N2(28)} = \underbrace{I^+_{N2(28),\,Meß}}_{\text{gemessen}} = E_{N2} \cdot p_{N2} \qquad (8.3)$$

Ionen:

Für ein beliebiges Gas gilt anlog dazu: $I^- \cdot S_{Gas} \cdot f \cdot p_{Gas} \cdot TF_{m(Gas)} \cdot NF_{Gas,\,m} = I^+_{Gas,\,Meß} = E_{Gas} \cdot p_{Gas}$ und weil $S_{Gas} = S_{N2(28)} \cdot RIW_{Gas}$ und die Messung von N_2 bei Masse 28 mit $TF_{N2(28)} \cdot NF_{N2(28)}$ erfolgt, wird

$$I^- \cdot E_{N2} \cdot RIW_{Gas} \cdot TF_{m(Gas)} \cdot NF_{Gas,\,m} = I^+_{Gas,\,Meß} = E_{Gas} \cdot p_{Gas} \qquad (8.4)$$



Auswertungsprobleme: Beispielsweise kann der Peak bei Masse 16 von Sauerstoff-Fragmenten aus O_2, H_2O, CO_2 und CO stammen; der Peak bei Masse 28 von Beiträgen aus N_2 oder CO und kann auch Fragment von CO_2 sein; der Peak bei Masse 20 kann von einfach ionisiertem Ne und zweifach ionisiertem Ar stammen

Abb. 8.15
Modellspektrum

Fast alle Gase bilden bei der Ionisation Bruchstücke.

$$I^+_{Gas,\,Meß} = I^+_{Gas,\,m1} + I^+_{Gas,\,m2} + ...=$$

$$= \frac{I^+_{Gas,\,m1}}{BF_{Gas,\,m1}} = \frac{I^+_{Gas,\,m2}}{BF_{Gas,\,m2}} = E_{Gas} \cdot p_{Gas}$$

Für eine quantitative Auswertung muß man entweder die Teil-Ionenströme von den Peaks der entsprechenden Bruchstücke addieren oder man mißt bei bekanntem Bruchstückfaktor den Ionenstrom eines Peaks und berechnet daraus den Gesamtionenstrom:

$$\text{entweder} \quad I^+_{Gas} = \Sigma_m \cdot \frac{I^+_{Gas,\,m}}{TF_m \cdot NF_{Gas,\,m}}$$

$$\text{oder} \quad I^+_{Gas} = \frac{I^+_{Gas,\,m}}{BF_m \cdot TF_m \cdot NF_{Gas,\,m}}$$

In der Praxis wird meist mit Bruchstückfaktoren gearbeitet. Der Partialdruck eines Gases wird dann

$$p_{Gas} = I^+_{Gas,\,m} \cdot \frac{1}{E_{N2}} \cdot \frac{1}{RIW_{Gas} \cdot BF_{Gas,\,m} \cdot NF_{Gas,\,m}} \cdot \frac{1}{TF_m}$$

Der Partialdruck wird aus dem, für ein bestimmtes Bruchstück gemessenen Ionenstrom durch Multiplikation mit drei Faktoren errechnet. Der erste (Empfindlichkeitsfaktor) hängt nur von der Stickstoff-Empfindlichkeit des Sensors ab und ist somit eine Gerätekonstante. Der zweite hängt nur von spezifischen Ioneneigenschaften des Gases und der Nachweiseigenschaft des Ionenfängers bzw. SEV's für diese Ionen ab (Materialfaktor). Der dritte Faktor berücksichtigt die massenabhägige Tramsmissions des Sensors.

Diese Faktoren müssen bei Geräten mit direkter Partialdruckanzeige (zumindest für seltenere Ionenarten) extra eingegeben werden. Für Messung mit Faraday-Cup gilt beim TRANSPECTOR 2 $NF_{Gas} = 1$. Werte für RIW_{Gas} und $BF_{Gas,\,m}$ können aus den Tabellen 8.3 und 8.4 entnommen werden; für sehr genaue Messungen müssen sie aber extra bestimmt werden.

8.6.3 Qualitative Gasanalyse

Die Analyse von Spektren nimmt einige Arbeitshypothesen an:

1. Jede Molekülart ergibt ein bestimmtes, konstantes Massenspektrum oder Bruchstückspektrum, das für diese Molekülart charakteristisch ist (finger print, cracking pattern).
2. Das Spektrum jeder Mischung von Gasen ist das gleiche, wie es durch lineare Überlagerung der Spektren der einzelnen Gase entsteht. Die Höhe der Peaks hängt vom Gasdruck ab.
3. Der Ionenstrom eines Peaks ist dem Partialdruck jener Komponente proportional, die für den Peak verantwortlich ist. Da der Ionenstrom dem Partialdruck proportional ist, ist die Proportionalitätskonstante (Empfindlichkeit) von Gas zu Gas verschieden.

Obwohl diese Annahmen nicht immer richtig sind (siehe Robertson: Mass Spectrometry) stellen sie eine brauchbare Arbeitshypothese dar.

Bei der qualitativen Analyse wird das unbekannte Spektrum mit bekannten Spektren einer Bibliothek verglichen. Jedes Gas ist durch sein Spektrum „eindeutig festgelegt". Bei dem Bibliotheksvergleich handelt es sich um ein Mustererkennungsverfahren. Je nach Hilfsmitteln kann der Vergleich mit unterschiedlichen Hilfsmitteln erfolgen. So zum Beispiel nach Lage, Größe und Reihenfolge der 5 der 10 größten Peaks. Naturgemäß ist der Vergleich erst nach einer Normierung des Spektrums

Nr	Gas	Symbol	1 = 100	2	3	4	5	6
1	Azeton	$(CH_3)_2CO$	43/100	15/42	58/20	14/10	27/19	42/8
2	Luft		28/100	32/27	14/6	16/3	40/1	–
3	Ammoniak	NH_3	17/100	16/80	15/8	14/2	–	–
4	Argon	Ar	40/100	20/10	–	–	–	–
5	Benzol	C_6H_6	78/100	77/22	51/18	50/17	52/15	39/10
6	Kohlendioxid	CO_2	44/100	28/11	16/9	12/6	45/1	22/1
7	Kohenmonoxid	CO	28/100	12/5	16/2	29/1	–	–
8	Tetrachlorkohlenstoff	CCl_4	69/100	50/12	31/5	19/4	–	–
9	DP Öl DC 705		78/100	76/83	39/73	43/59	91/32	–
10	DP Öl Fomblin		69/100	20/28	16/16	31/9	97/8	47/8
11	DP Öl PPE		50/100	77/89	63/29	62/27	64/21	38/7
12	Ethylalkohol	CH_3CH_2OH	31/100	45/34	27/24	29/23	46/17	26/8
13	Freon F 11	CCl_3F	101/100	103/60	35/16	66/15	47/12	31/10
14	Freon F 12	CCl_2F_2	85/100	87/32	50/16	35/12	–	–
15	Freon F 13	$CClF_3$	69/100	85/15	50/14	31/9	35/7	87/5
16	Freon F 14	CF_4	69/100	12/7	19/6	31/5	50/8	–
17	Freon F 23	CHF_3	51/100	31/58	69/40	50/19	52/1	21/1
18	Freon F 113	$C_2Cl_3F_3$	101/100	103/62	85/55	31/50	151/41	153/25
19	Helium	He	4/100	–	–	–	–	–
20	Heptan	C_7H_{16}	43/100	41/62	29/49	27/40	57/34	71/28
21	Hexan	C_6H_{14}	41/100	43/92	57/85	29/84	27/65	56/50
22	Wasserstoff	H_2	2/100	1/5	–	–	–	–
23	Schwefelwasserstoff	H_2S	34/100	32/44	33/42	36/4	35/2	–
24	Isopropylalkohol	C_3H_8O	45/100	43/16	27/16	29/10	41/7	39/6
25	Krypton	Kr	84/100	86/31	83/20	82/20	80/4	–
26	Methan	CH_4	16/100	15/85	14/16	13/8	1 / 4	12/2
27	Mehtylalkohol	CH_3OH	31/100	29/74	32/67	15/50	28/16	2/16
28	Methylethylketon	C_4H_8O	43/100	29/25	72/16	27/16	57/6	42/5
29	MP – Öl		43/100	41/91	57/73	55/64	71/20	39/19
30	Neon	Ne	20/100	22/10	10/1	–	–	–
31	Stickstoff	N_2	28/100	14/7	29/1	–	–	–
32	Sauerstoff	O_2	32/100	16/11	–	–	–	–
33	Perfuorkerosene		69/100	119/17	51/12	131/11	100/5	31/4
34	Perfluortributylamine	$C_{12}F_{27}N$	69/100	131/18	31/6	51/5	50/3	114/2
35	Silan	SiH_4	30/100	31/80	29/31	28/28	32/8	33/2
36	Siliziumtetrafluorid	SiF_4	85/100	87/12	28/12	33/10	86/5	47/5
37	Toluol	$C_6H_5CH_3$	91/100	92/62	39/12	65/6	45,5/4	51/4
38	Trichlorethan	C_2HCl_3	97/100	61/87	99/61	26/43	27/31	63/27
39	Trichlorethylen	$C_2H_3Cl_3$	95/100	130/90	132/85	97/64	60/57	35/31
40	Trifluormethan	CHF_3	69/100	51/91	31/49	50/42	12/4	–
41	Turbo-Molekularpumpenöl		43/100	57/88	41/76	55/73	71/52	69/49
42	Wasserdampf	H_2O	18/100	17/25	1/6	16/2	2/2	–
43	Xenon	Xe	132/100	129/98	131/79	134/39	136/33	130/15

Tabelle 8.5
Spektrenbibliothek der 6 größten Peaks für den Transpector

möglich, etwa indem die Höhe der größten Linie gleich 100 oder 1000 gesetzt wird (siehe als Beispiel Tabelle 8.5).

Der Vergleich kann von Hand mit Tabellenwerken erfolgen (beispielsweise A. Cornu & R. Massot: „Compilation of Mass Spectral Data“) oder rechnergestützt gemacht werden, wobei große Datenbanken genutzt werden können (z. B. Mass Spectral Data Base, Royal Society of Chemistry, Cambridge).

Bei Vergleichen mit Bibliotheken muß beachtet werden, ob identische Ionenquellen oder zumindest Elektronenstoßenergien zur Anwendung kamen.

Diese Möglichkeiten sind aber für die Probleme in der Vakuumtechnik im allgemeinen zu aufwendig. Bei vielen Geräten gibt es aber die Möglichkeit, eine Anzahl von Bibliotheksspektren auf dem Bildschirm darzustellen, so daß man unmittelbar sehen kann, ob die „Bibliotheks-Substanz“ im gemessenen Spektrum enthalten sein kann. Meist stammt das gemessene Spektrum von einer Mischung von Gasen, dann ist es besonders angenehm, daß der Bildschirm die Möglichkeit bietet, die Spektren einzelner (oder mehrerer) Gase probeweise vom gemessenen Spektrum zu subtrahieren. Das Gas kann nur dann enthalten sein, wenn die Subtraktion bei den wichtigsten Peaks keine negativen Werte liefert. Abb. 8.16 zeigt einen solchen schrittweisen Subtraktionsvorgang mit der Software „TranspectorWare“.

Wie immer die qualitative Analyse erstellt wird, das Ergebnis ist nur ein „Vorschlag“, also eine Annahme, welche Gase in der Mischung enthalten sein könnten. Dieser Vorschlag muß noch geprüft werden, z. B. durch Überlegungen, wie ist es technisch möglich / unmöglich / plausibel / wahrscheinlich / unwahrscheinlich, daß eine bestimmte Substanz im Spektrum enthalten ist. Zusätzlich kann ein neu aufgenommenes Spektrum von dieser Substanz Klarheit verschaffen.

8.6.4 Quantitative Gasanalyse

Besondere Schwierigkeiten treten bei der Interpretation des Spektrums einer unbekannten Gasmischung auf. Eine gegenseitige Verrechnung von Ionenstrombeiträgen unterschiedlicher Herkunft ist erst dann

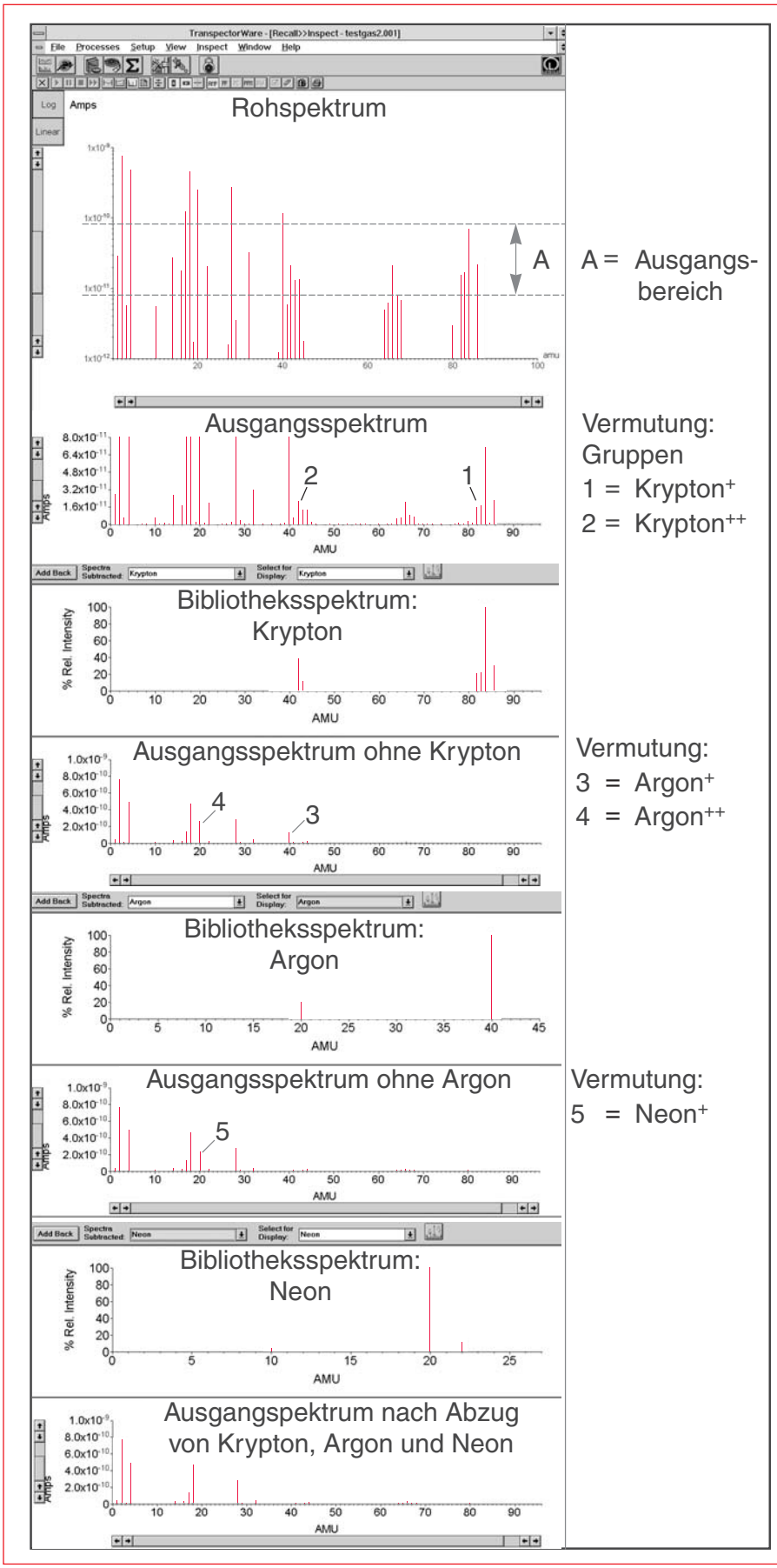


Abb. 8.16
Subtrahieren von Bibliotheksspektren

möglich, wenn alle Verursacher bekannt sind. Bei vielen Anwendungen in der Vakuumtechnik handelt es sich aber um Mischungen von wenigen, einfachen, oft bekannten Gasen, mit Massenzahlen kleiner 50 (Ausnahmen können Prozeßgase bilden). Liegt jedoch der komplizierte, allgemeine Fall vor, daß ein Spektrum mit einer Vielzahl von Überlagerungen in einer völlig unbekannten Mischung vieler Gaskomponenten gemessen wurde, dann muß der quantitativen Analyse eine qualitative Analyse vorausgehen. Der auftretende Schwierigkeitsgrad hängt von der Zahl der Überlagerungen ab (einzelne / wenige / viele).

Im Falle von einzelnen Überlagerungen kann oft eine gegenseitige Verrechnung der Ionenströme bei Messung ein und derselben Gasart auf mehreren Massenzahlen schon zum Ziel führen.

Bei einer größeren Zahl von Überlagerungen und insgesamt begrenzter Zahl von Gasen hilft oft eine tabellarische Auswertung mit Korrekturfaktoren gegenüber dem Spektrum eines Kalibriergases bekannter Zusammensetzung.

Im allgemeinsten Fall trägt eine Vielzahl von Gasen aber mehr oder weniger zum Ionenstrom auf allen Massen bei. Der jeweilige Anteil eines Gases g auf der Massenzahl m wird durch den Bruchstückfaktor $Bf_{m,g}$ ausgedrückt. Um die Rechnung zu vereinfachen, enthält der Bruchstückfaktor $Bf_{m,g}$ auch den Transmissionsfaktor TF und den Nachweisfaktor NF. Dann ist der Ionenstrom auf der Masse m als Funktion der Gesamtionenströme aller beteiligten Gase in Matrixschreibweise:

$$\begin{bmatrix} i_j^+ \\ \cdot \\ \cdot \\ i_m^+ \\ \cdot \\ \cdot \\ i_u^+ \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} BF_{j,k} & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & BF_{j,o} \\ \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\ \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\ \cdot & \cdot & BF_{m,g} & \cdot & \cdot & \cdot \\ \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\ \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\ BF_{u,k} & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & BF_{u,o} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} I_k^+ \\ \cdot \\ \cdot \\ I_g^+ \\ \cdot \\ \cdot \\ I_o^+ \end{bmatrix}$$

Der Ionenstromvektor zu den Massenzahlen m (verursacht durch die Bruchstück-Beiträge der Einzelgase) = Bruchstückmatrix mal Summenstromvektor der Einzelgase

oder:
$$i_m^+ = \sum_{g=k}^{0} BF_{m,g} \cdot I_g^+$$

(in vereinfachter Schreibweise: $i = BF \cdot I$)

mit

i_m^+ = Ionenstromvektor der Massenzahlen, verursacht durch Beiträge von Bruchstücken verschiedener Einzelgase

$\sum_{g=k}^{0} BF_{m,g}$ = Bruchstückmatrix

I_g^+ = Summenstromvektor der Einzelgase

beziehungsweise:

$$i_m^+ = \sum \overbrace{p_g \cdot E_{N_2} \cdot RIW_g \cdot BF_m \cdot TF_m}^{Bf_{m,g}}$$

- TF_m: Transmissionsfaktor für die Masse m
- BF_m: Bruchsrückfaktor des Gases auf der Masse m
- RIW_g: relative Ionisierungswahrscheinlichkeit des Gases
- E_{N_2}: Stickstoffempfindlichkeit (Gerätekonstante)
- p_g: Partialdruck der Gases
- i_m^+: Ionenstrom auf der Massenzahl m

Man sieht, der von einem Gas verursachte Ionenstrom ist dem Partialdruck proportional. Das lineare Gleichungssystem ist nur für den Sonderfall m = g (quadratische Matrix) lösbar, für m > g ist es überbestimmt. Wegen unvermeidlicher Meßfehler (Rauschen etc.) gibt es keinen Satz von Gesamtionenströmen I_g^+ (Partialdrücken oder Konzentrationen), der das Gleichungssystem exakt erfüllt. Unter allen denkbaren Lösungen gilt es nun den Satz I_g^{+*} herauszufinden, der bei Rückrechnen auf die Teil-Ionenströme i_m^{+*} die kleinste quadratische Abweichung von den tatsächlich gemessenen Teil-Ionenstömen i_m^+ hat. Also:

$$\sum (i_m^+ - i_m^{+*})^2 = \min$$

Dieses Minimierungs-Problem ist mathematisch identisch mit der Lösung eines anderen Gleichungssystemes

$$BF^T \cdot i = BF^T \cdot BF \cdot I$$

welches unmittelbar mit dem Rechner ausgewertet wird. Der Ionenstromvektor der Einzelgase ist dann:

$$I = \frac{[BF^T \cdot i] \cdot [BF^T \cdot BF]^{-1}}{\det[BF^T \cdot BF]}$$

8.7 TranspectorWare (Prozeßorientierte Software für Windows)

Der Transpector-Ware liegt eine ganz neue Philosophie zugrunde: Während des Prozeßablaufes mit zuvor festgelegten Einstellungen („Rezept“) werden laufend Daten wie Einzelbilder eines Videofilmes aufgezeichnet. Diese Daten können gespeichert oder auf andere Weise ausgewertet werden. Insbesondere ist es sowohl während, als auch nach Ablauf des Prozesses möglich, in einer „Retrospektive“ interessierende Prozeßabschnitte genau zu analysieren, ohne dabei den im Hintergrund weiterlaufenden Meßbetrieb zu unterbrechen. Bei fortlaufender Kontrolle gleicher Prozesse kann das Programm statistische Berechnungen (Mittelwerte und Standardabweichungen) ausführen, woraus eine Bandbreite für „günstigen Prozeßablauf“ abgeleitet wird. Bei Überschreiten von Grenzwerten werden Fehlermeldungen ausgegeben. Es können aber auch die gewohnten Spektren (Analog, Balken, Lecksuche) für jeden Zeitpunkt dargestellt werden. Auch das Hinzufügen von eigenen Spektren zu der vorhandenen Spektrenbibliothek und Spektren-Subtraktion ist möglich.

8.8 Partialdruckregelung

Manche Prozesse z. B. reaktive Sputterprozesse erfordern möglichst konstante Auftreffraten der reagierenden Gasmoleküle auf dem Schichtuntergrund.

Die „Auftreffrate“ ist die im Abschnitt 1.6.1 besprochene Flächenstoßrate, die unmittelbar dem Partialdruck proportional ist. Der einfachste Versuch, den Partialdruck einer Gaskomponente konstant zu halten, ist die Durchflußregelung mittels Flow-Controller, hat aber den Nachteil, daß der Regler nicht erkennen kann, ob, wann und wo sich der Gasverbrauch bzw. die Gaszusammensetzung im Rezipienten ändert. Die weitaus bessere und effektivere Möglichkeit ist die Partialdruckregelung durch ein Massenspektrometer über Gaseinlaßventile. Dabei werden den signifikanten Peaks der in Frage kommenden Gasen Kanälen im Massenspektrometer zugeordnet. Die analogen Ausgangssignale dieser Kanäle werden von entsprechenden Reglern mit Sollwerten verglichen und aus der Differenz von Sollwert

und Istwert für jeden Kanal das richtige Stellsignal für das Gaseinlaßventil dieses Kanals abgeleitet.

Die Gasentnahme für die Messung der Flächenstoßrate (Partialdruck) muß naturgemäß an einer repräsentativen Stelle des Rezipienten erfolgen. Bei der Beurteilung der Zeitkonstante eines derartigen Regelkreises ist es wichtig, alle Zeitbeiträge zu berücksichtigen, nicht nur die der elektrischen Signalausbreitung und der Verarbeitung im Massenspektrometer, sondern auch die vakuumtechnischen Zeitkonstanten und Stömungsgeschwindigkeiten, wie in Abb. 8.17 dargestellt. Oft verursachen Druckwandler oder ungünstig installierte Gaseinlaßleitungen vom Regelventil in den Rezipienten besonders große Beiträge zur Gesamtzeitkonstante. Im allgemeinen ist es besser, ein günstiges Signal/Rausch-Verhältnis durch ein großes Signal (also durch eine große Einlaßblende) einzustellen, als durch lange Integrationszeiten auf den einzelnen Kanälen. In Abb. 8.18 sind die Auswirkungen von Druckerhöhung und Integrationszeitverlängerung auf die Signalerkennbarkeit gegenübergestellt: Bei den Teilbildern a, b und c wurde in dieser Reihenfolge nur die Integrationszeit von 0,1 auf 1,0 bzw. 10 Sekunden (also insgesamt um den Faktor 100) vergrößert. Hingegen wurde in der Teilbildfolge a-d-e-f bei gleichbleibender Integrationszeit der Totaldruck in 3 Schritten von $7{,}2 \cdot 10^{-6}$ mbar auf $7{,}2 \cdot 10^{-5}$ mbar (also insgesamt nur um den Faktor 10) erhöht.

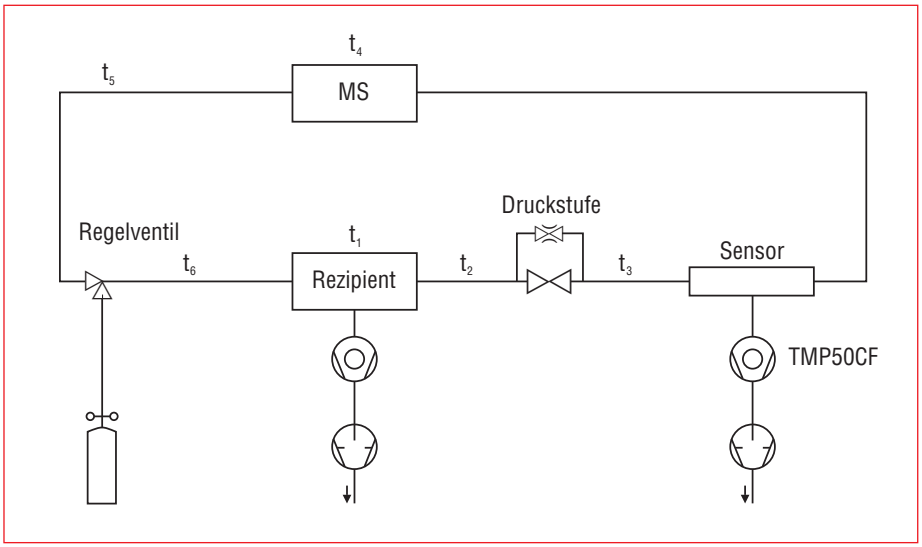


Abb. 8.17
Teilbeiträge zur Gesamtzeitkonstante

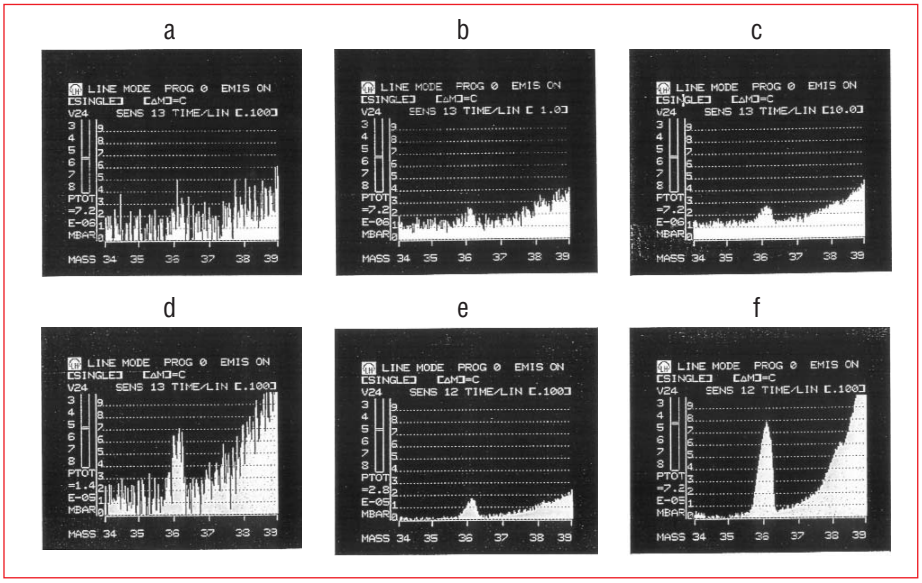


Abb. 8.18
Verbesserung des Signal/Rausch-Verhältnisses durch Druckerhöhung oder Integrationzeitverlängerung

8.9 Wartung

(Lebensdauer Kathode, Sensor-Abgleich, Reinigung von Ionenquelle und Stabsystem)

Die **Lebensdauer der Kathode** hängt stark von der Art der Belastung ab. Die Erfahrung lehrt, daß als Maß für die Belastung das Produkt aus Betriebszeit mal Betriebsdruck dienen kann. Besonders ungünstig auf die Lebenszeit der Kathoden wirken sich hoher Betriebsdruck (Bereich 10^{-4} ... 10^{-3} mbar) und besondere chemische Einflüsse, z. B. Kältemittel, aus. Ein Kathodenwechsel ist dank des einfachen Aufbaues des Sensors leicht möglich; es empfiehlt sich aber bei dieser Gelegenheit eventuell die ganze Ionenquelle zu wechseln bzw. zu reinigen.

Der **Sensor-Abgleich** der Massenachse (oft irrtümlich Kalibrierung genannt) erfolgt heute auf sehr bequeme Art über die Software „TranspectorWare“ und kann direkt auf dem Bildschirm beobachtet werden. Selbstverständlich wird dabei nicht nur die Zuordnung auf der Massenachse festgelegt, sondern auch die Linienform, d. h. Auflösung und Empfindlichkeit (siehe 8.5).

Eine **Reinigung des Sensors** ist nur in Ausnahmefällen, bei starker Verunreinigung des Sensors, nötig. Meist ist eine Reinigung der Ionenquelle, die leicht zerlegt und gereinigt werden kann, völlig ausreichend. Eine Reinigung des Stabsystemes kann nach Ausbau des kompletten Stabsystemes in einem Ultraschallbad erfolgen. Falls wegen besonders hartnäckiger Verschmutzung ein Zerlegen des Stabsystemes unvermeidlich ist, muß die notwendigen Justierung der Stäbe im Herstellerwerk vorgenommen werden.

9 Lecks und Lecksuche

Außer den eigentlichen Vakuumanlagen und den zu ihrem Aufbau verwendeten Einzelteilen (Vakuumbehälter, Leitungen, Ventilen, lösbaren (Flansch-) Verbindungen, Meßgeräten etc.) gibt es eine Vielzahl anderer Anlagen und Produkte in Industrie und Forschung, an die hohe Anforderungen bezüglich Dichtheit oder sogenannte „hermetische" Abdichtung zu stellen sind. Dazu gehören viele Baugruppen und Prozesse insbesondere aus der Automobil- und Kälteindustrie, aber auch aus vielen anderen Industriebereichen. Der Arbeitsdruck liegt dabei häufig oberhalb des Umgebungsdruckes. „Hermetisch verschlossen" ist dabei nur als relatives „Nichtvorhandensein von Lecks" definiert. Die gelegentlich gemachten, allgemeinen Aussagen „keine nachweisbaren Lecks" oder „Leckrate Null" bilden keine annehmbaren Spezifikationen für Abnahmetests. Jeder erfahrene Ingenieur weiß, daß eine gut ausgearbeitete Abnahmespezifikation eine definierte Leckrate (siehe 9.2) unter vorgegebenen Bedingungen erfordert. Welche Leckrate noch oder gerade nicht mehr toleriert werden kann, wird jedenfalls durch die Anwendung selbst bestimmt.

9.1 Leckarten

Nach der **Art der auftretenden Material- oder Fügefehler** werden folgende Lecks unterschieden:

- Lecks in lösbaren Verbindungen: Flansche, Schliffe, Deckel
- Lecks in nicht lösbaren Verbindungen: Löt-/Schweißnähte, Klebestellen
- Porenlecks: insbesondere nach mechanischer Verformung (Biegen!) oder thermischer Bearbeitung von polykristallinen Werkstoffen, Gußteile
- Kalt-/Warmlecks: (reversibel) öffnen sich bei extremer Temperaturbeanspruchung, vor allem an Lötstellen
- Scheinbare (virtuelle) Lecks: Gasmengen werden (auch durch Verdampfen von Flüssigkeiten) aus inneren Hohlräumen in Gußteilen, Sacklöchern und Spalten frei
- Indirekte Lecks: undichte Versorgungsleitungen in Vakuumanlagen oder Öfen (Wasser, Druckluft, Sole)
- „Schachtellecks": das Leck ist am Ende mehrerer „in Reihe geschalteter Räume", z. B. Leck im ölgefüllten Bereich des Ölkastens einer Drehschieberpumpe
- „Ventil"-Lecks: in einer Druckrichtung undicht, in der anderen dicht (sehr selten)

Wohl eine Undichtheit aber kein Leck im Sinne einer Fehlerstelle ist die

- Permeation (natürliche Durchlässigkeit) von Werkstoffen, also auch von Gummischläuchen, Elastomer-Dichtungen etc. (es sei denn, die Teile sind spröde und deshalb „leck").

9.2 Leckrate, Leckgröße, Massenstrom

Keine Vakuumapparatur oder -anlage ist absolut vakuumdicht. Sie braucht es prinzipiell auch nicht zu sein. Es kommt lediglich darauf an, daß die Leckrate entsprechend gering ist und so auf den benötigten Arbeitsdruck, Gashaushalt und Enddruck im Vakuumbehälter ohne Einfluß bleibt. Daraus folgt, daß die Forderungen hinsichtlich der Dichtheit einer Apparatur um so strenger werden, je niedriger der verlangte Druck ist. Um Undichtheiten quantitativ erfassen zu können, wurde der Begriff der Leckrate mit dem Gleichungszeichen Q_L, und der Einheit $mbar \cdot \ell/s$ oder cm^3/s (NTP) eingeführt. Die Leckrate von $Q_L = 1\ mbar \cdot \ell/s$ ist gegeben, wenn in einem abgeschlossenen, evakuierten Behälter mit dem Volumen 1 ℓ der Druck in einer Sekunde um 1 mbar ansteigt oder bei Überdruck im Behälter um 1 mbar abfällt. Die als Maß für eine Undichtheit definierte Leckrate Q_L wird meist in der Einheit $mbar \cdot \ell/s$ angegeben. Mit Hilfe der Zustandsgleichung (1.7) erhält man Q_L unter Angabe der Temperatur T und der Gasart M quantitativ als Massenstrom, z. B. in der Einheit g/s. Die entsprechende Beziehung lautet:

$$Q_L = \frac{\Delta(p \cdot V)}{\Delta t} = \frac{R \cdot T}{M} \cdot \frac{\Delta m}{\Delta t} \qquad (9.1)$$

mit R = 83,14 $mbar \cdot \ell/mol \cdot K$
T = Temperatur in K
M = molare Masse in g/mol
Δm Masse in g
Δt = Zeitspanne in s.

Gleichung 9.1 dient dazu, um

a) bei bekanntem pV-Gasstrom $\Delta p \cdot V/\Delta t$ den Massenstrom $\Delta m/\Delta t$ zu bestimmen (siehe hierzu Beispiel in 9.4.1) oder

b) bei bekanntem Massenstrom den pV-Leckgasstrom zu bestimmen (siehe nachstehendes Beispiel).

Beispiel zu b):

Eine mit dem Kältemittel R134a betriebene Kälteanlage weist bei 25 °C einen Kältemittelverlust von 1 g pro Jahr auf. Wie groß ist der Leckgasstrom Q_L? Nach Gleichung 9.1 mit M(R134a) = 102,03 g/mol:

$$Q_L = \frac{\Delta(p \cdot V)}{\Delta t} = \frac{83{,}14\ mbar \cdot \ell \cdot 298K \cdot 1g}{mol \cdot K \cdot 121g \cdot mol^{-1} \cdot 1a}$$

$$= \frac{83{,}14 \cdot 2{,}98 \cdot 10^2 \cdot 1}{121 \cdot 1} \cdot \frac{mbar \cdot \ell}{3{,}15 \cdot 10^7 s}$$

$$= \frac{83{,}14 \cdot 2{,}98 \cdot 10^2}{1{,}21 \cdot 10^2 \cdot 3{,}15} \cdot 10^{-7} \cdot \frac{mbar \cdot \ell}{s}$$

$$= 65 \cdot 10^{-7} \cdot \frac{mbar \cdot \ell}{s}$$

Der Freon-Verlust beträgt demnach $Q_L = 6{,}5 \cdot 10^{-6}\ mbar \cdot \ell/s$. Gemäß der untenstehenden „Faustregel" für Hochvakuumanlagen ist die Kälteanlage dieses Beispiels als sehr dicht anzusehen. Weitere Umrechnungen für Q_L sind in den Tabellen 7a und 7b in Abschnitt 13 angegeben.

Für Hochvakuumapparaturen gilt quantitativ die folgende Faustregel:

Gesamt-Undichtheit < $10^{-6}\ mbar \cdot \ell/s$: Apparatur sehr dicht

Gesamt-Undichtheit $10^{-5}\ mbar \cdot \ell/s$: Apparatur hinreichend dicht

Gesamt-Undichtheit > $10^{-4}\ mbar \cdot \ell/s$: Apparatur undicht

An sich kann eine Undichtheit durch eine genügend große Pumpe „überfahren" werden, denn es gilt – beispielsweise für den Enddruck p_{end} (unter Außerachtlassen der Gasabgabe der inneren Oberflächen):

$$p_{end} = \frac{Q_L}{S_{eff}} \qquad (9.2)$$

(Q_L Leckrate, S_{eff} am Rezipienten wirksames Saugvermögen)

Wenn S_{eff} hinreichend groß gemacht wird, läßt sich also – unabhängig von der Größe der Leckrate Q_L – immer ein vorgegebener Enddruck p_{end} erreichen. Einer beliebigen Vergrößerung von S_{eff} stehen in der Praxis allerdings wirtschaftliche und auch kon-

struktionsmäßige Überlegungen (z. B. Platzbedarf) entgegen.

Wenn man in einer Apparatur nicht zu dem gewünschten Enddruck kommt, sind hierfür meistens zwei Ursachen zu nennen: Das Vorhandensein von Undichtheiten und/oder die Gasabgabe von Behälterwänden und Dichtungsmitteln.

Zur Unterscheidung zwischen beiden Ursachen kann eine Partialdruckanalyse mit einem Massenspektrometer oder die Druckanstiegsmethode angewendet werden. Da mit der Druckanstiegsmethode grundsätzlich nur das Vorhandensein eines Lecks nachweisbar ist, aber seine Lage in der Apparatur weiter unbekannt bleibt, empfiehlt sich der Einsatz eines Helium-Leckdetektors, mit dem die Lecks im allgemeinen auch wesentlich schneller lokalisiert werden können.

Um einen Überblick über den Zusammenhang zwischen geometrischer Lochgröße und zugehöriger Leckrate zu erhalten, kann man von folgender, groben Abschätzung *) ausgehen: Ein kreisrundes Loch in einer Rezipientenwand mit Durchmesser 1 cm sei mit einem Schieberventil verschlossen. Außen herrscht Atmosphärendruck, innen Vakuum. Bei plötzlichem Öffnen des Schiebers werden alle die Luftmoleküle, die sich in einem Zylinder mit 1 cm Durchmesser und 330 m Höhe befinden, mit Schallgeschwindigkeit (330 m/s) in 1 s in turbolenter Strömung in das Loch „fallen“. Die je Sekunde einströmende Menge ist 1013 mbar mal Zylindervolumen (siehe Abb. 9.1). Es ergibt sich für den Lochdurchmesser von 1 cm eine Q_L(Luft) von $2{,}6 \cdot 10^{+4}$ mbar $\cdot \ell$/s. Läßt man bei sonst gleichbleibenden Voraussetzungen statt Luft Helium mit der Schallgeschwindigkeit 970 m/s in das Loch strömen, so ergibt sich analog Q_L(Helium) von $7{,}7 \cdot 10^{+4}$ mbar $\cdot \ell$/s, also ein deutlich größerer pV-Leckgasstrom. Diese für Helium höhere „Empfindlichkeit“ wird in der Lecksuchprüfpraxis genutzt und hat zur Entwicklung und Serienfertigung hochempfindlicher Helium-Lecksuchgeräte geführt (siehe 9.5.2).

In der Abb. 9.1 ist der Zusammenhang Leckrate-Lochgröße für Luft mit dem Näherungswert Q_L (Luft) von $\approx 10^{+4}$ mbar $\cdot \ell$/s für das „1 cm Loch“ angegeben. Die Tabelle zeigt, daß bei einer Verkleinerung des

Abschätzung von Lecks <——> Lochgrößen

Δp = 1013 mbar, Lochdurchmesser d = 1 cm

Gasgeschwindigkeit = Schallgeschwindigkeit = $330 \frac{m}{s}$

Volumen/Sekunde: $330 \frac{m}{s} \cdot \frac{1^2 \cdot \pi}{4} \cdot cm^2 = 25{,}95 \cdot 10^{+3} \frac{cm^3}{s} = 25{,}95 \frac{\ell}{s}$

Menge/Sekunde: $1013 \text{ mbar} \cdot 25{,}95 \frac{\ell}{s} = 2{,}63 \cdot 10^{+4} \approx 10^{+4} \frac{\text{mbar} \cdot \ell}{s}$

Durchmesser cm	Leckrate $\frac{\text{mbar} \cdot \ell}{s}$
10^{-2} m = 1,0 cm	10^{+4}
10^{-3} m = 1,0 mm	10^{+2}
10^{-4} m = 0,1 mm	10^{0} (=1)
10^{-5} m = 0,01 mm	10^{-2}
10^{-6} m = 1,0 µm	10^{-4}
10^{-7} m = 0,1 µm	10^{-6}
10^{-8} m = 0,01 µm	10^{-8}
10^{-9} m = 1,0 nm	10^{-10}
10^{-10} m = 1,0 Angström	10^{-12} (Nachweisgrenze He-Leckdetektor)

Abb. 9.1
Zusammenhang Leckrate – Lochgröße

Lochdurchmessers auf 1 µm (= 0,001mm) die Leckrate 10^{-4} mbar $\cdot \ell$/s beträgt, ein Wert, der in der Vakuumtechnik bereits eine große Undichtheit darstellt (siehe Faustregel oben). Dem Lochdurchmesser 1 Å entspricht die Leckrate von 10^{-12} mbar $\cdot \ell$/s; dies ist die untere Nachweisgrenze moderner Helium-Leckdetektoren. Da auch die Gitterkonstanten vieler Festkörper bei einigen Å liegen und die Durchmesser kleiner Moleküle und Atome (H_2, He) etwa 1 Å betragen, ist die inhärente Permeation durch Feststoffe mit He-Leckdetektoren meßtechnisch erfaßbar. Das hat zur Entwicklung kalibrierter Prüflecks mit sehr kleinen Leckraten geführt (siehe 9.5.2.3). Dabei handelt es sich um eine meßbare Undichtheit, aber nicht um ein Leck im Sinne eines Material- oder Fügefehlers. Aus Abschätzungen oder Messungen der Größe von Atomen, Molekülen, Viren, Bakterien etc. werden oft landläufige Begriffe wie „wasserdicht“ oder „bakteriendicht“ abgeleitet; siehe Tabelle 9.1.

*) für genaue Angaben/Berechnungen siehe ISO 12807 oder Higson et al. (Literaturverzeichis)

Begriff / Kriterium	Bemerkung	Q_L (mbar $\cdot \ell$/s)	relevante Teilchengröße
wasserdicht *)	tropfen	$Q_L < 10^{-2}$	
dampfdicht	„schwitzen“	$Q_L < 10^{-3}$	
bakteriendicht *) (Kokken) (Stäbchen)		$Q_L < 10^{-4}$	∅ ≈ 1 µm ∅ ≈ 0,5 - 1 µm, 2 - 10 µm lang
öldicht		$Q_L < 10^{-5}$	
virendicht *) (Vaccine z. B. Pocken) (kleinste Vieren, Bakteriophagen) (Viroide, RNA)		$Q_L < 10^{-6}$ $Q_L < 10^{-8}$ $Q_L < 10^{-10}$	∅ ≈ 3 m ∅ ≈ 0,3 m ∅ ≈ 0,01 µm (Fäden)
gasdicht		$Q_L < 10^{-7}$	
„absolut dicht“	technisch	$Q_L < 10^{-10}$	

*) Im Gegensatz zu Dampf muß bei Flüssigkeiten zwischen hydrophilen und hydrophoben Festkörpern unterschieden werden. Das gilt auch für Bakterien und Viren da sie hauptsächlich in Lösungen transportiert werden

Tabelle 9.1
Schätzung von Grenzleckraten

Lecksuche

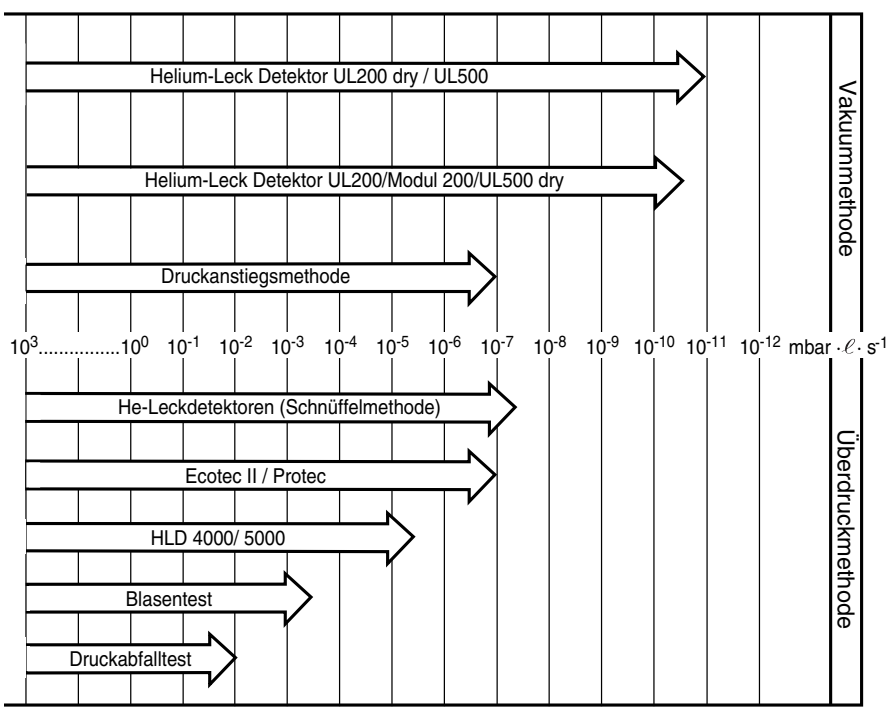


Abb. 9.2
Leckratenbereiche bei Lecksuchverfahren und Lecksuchgeräten

Leck <----> Loch Q ... Leckrate, kurz: Leck	**Stoffmenge** pro **Zeiteinheit** durch **Loch** Definition: $Q = \frac{\Delta (p \cdot V)}{\Delta t}$	**Heliumstandard Leckrate:** p_1 = 1 bar, p_2 < 1 mbar (Δp = 1 bar) Testgas = Helium
↓	↓	↓
Vertraute Lecks:	**Austretende Menge:**	**He-Standardleckrate:**
Wasserhahn tropft 4 mm ø, 1 Hz, Δp = 4 bar	$34 \frac{mg}{s}$ Wasser $\left(= 6{,}45 \frac{mbar \cdot \ell}{s} \text{ Luft}\right)$	$0{,}17 \frac{mbar \cdot \ell}{s}$ He Std
Haar liegt auf Dichtung	$10^{-2} \frac{mbar \cdot \ell}{s}$ Luft	$0{,}9 \cdot 10^{-2} \frac{mbar \cdot \ell}{s}$ He Std
Fahrradschlauch im Wasser (bubble test) 2 mm ø, 1 Hz, Δp = 0,1 bar	$4{,}19 \cdot 10^{-3} \frac{Ncm^3}{s}$ $\left(= 4{,}24 \cdot 10^{-3} \frac{mbar \cdot \ell}{s} \text{ Luft}\right)$	$1{,}88 \cdot 10^{-2} \frac{mbar \cdot \ell}{s}$ He Std
Autoreifen verliert Luft / Felge undicht 25 l, 6 Mo: 1,8 --> 1,6 bar	$3{,}18 \cdot 10^{-4} \frac{mbar \cdot \ell}{s}$ Luft	$4{,}3 \cdot 10^{-5} \frac{mbar \cdot \ell}{s}$ He Std
R134a Babyflasche in 1 Jahr leer 25 °C, 430 g, p_p = 6,529 bar	$430 \frac{g}{a}$ bei 25 °C $(= 3{,}31 \cdot 10^{-3} \frac{mbar \cdot \ell}{s}$ R134a)	$5{,}53 \cdot 10^{-5} \frac{mbar \cdot \ell}{s}$ He Std

Abb. 9.3
Beispiele für die Umrechnung in Helium-Standard-Leckraten

Bereich	laminar	molekular
Druck	$Q_I \ (p_1^2 \ \ p_2^2)_{II} - Q_{II} \ (p_1^2 \ \ p_2^2)_I$	$Q_I \ (p_1 - p_2)_{II} \ \ Q_{II} \ (p_1 \ \ p_2)_I$
Gasart	$Q_{Gas\,A} \cdot \eta_{Gas\,A} = Q_{Gas\,B} \cdot \eta_{Gas\,B}$	$Q_{Gas\,A} \ \sqrt{M_{Gas\,A}} - Q_{Gas\,B} \ \sqrt{M_{Gas\,B}}$

Tabelle 9.2
Umrechnugsformeln für Änderung von Druck und Gasart

In Abb. 9.2 sind Art und Nachweisgrenzen häufig eingesetzter Leck-Prüfmethoden zusammengestellt.

9.2.1 Die Helium Standard-Leckrate

Für die eindeutige Definition eines Lecks sind erstens die Angaben der Drücke auf beiden Seiten der Wand und zweitens die Art des durchdringenden Mediums (Viskosität) bzw. dessen molare Masse nötig. Für den in der Praxis sehr häufigen Fall, daß die Prüfung mit Helium bei 1 bar Druckunterschied von Atmosphärendruck (außen) nach Vakuum (p < 1 mbar, innen) erfolgt, hat sich die Bezeichnung „Helium-Standard-Leckrate“ (He Std) eingebürgert. Um die Rückweisrate bei einer Prüfung mit Helium unter Helium Standard-Bedingungen anzugeben, müssen die realen Einsatzbedingungen zuerst auf Helium-Standard-Bedingungen umgerechnet werden (siehe 9.2.2). Einige Beispiele solcher Umrechnungen sind in Abb. 9.3 gezeigt.

9.2.2 Umrechnungsformeln

Bei der Umrechnung von Druckverhältnissen und Gasart (Viskosität) muß beachtet werden, daß unterschiedliche Gleichungen für laminare und für molekulare Strömung gelten. Die Grenze zwischen diesen Bereichen ist sehr schwierig festzustellen. Als Richtlinie nimmt man bei Leckraten $Q_L > 10^{-5}$ mbar · ℓ/s laminare Strömung und bei Leckraten $Q_L < 10^{-7}$ mbar · ℓ/s molekulare Strömung an. Im Zwischenbereich muß der (Garantie leistende) Hersteller den sichereren Wert annehmen. Die Formeln sind in Tabelle 9.2 aufgelistet.

Dabei bedeuten die Indices I und II die einen bzw. anderen Druck-Verhältnisse und die Indices 1 und 2 jeweils Innen- und Außenseite der Leckstelle.

9.3 Begriffe und Definitionen

Bei der Lecksuche hat man im allgemeinen zwischen zwei Aufgabenstellungen zu unterscheiden:

1. die Lokalisierung von Lecks und
2. die Messung der Leckrate

Außerdem unterscheidet man je nach Fließrichtung des Fluids zwischen der

a. **Vakuum-** (oder Unterdruck-) **Methode** (engl. oft „outside-in leak"), also Strömung in den Prüfling hinein (Druck im Prüfling < Umgebungsdruck) und

b. **Überdruck-Methode** (engl. oft „inside-out leak"), also Strömung aus dem Prüfling heraus (Druck im Prüfling > Umgebungsdruck).

Die Prüflinge sollen nach Möglichkeit ihrer späteren Verwendung entsprechend geprüft werden, also Teile für Vakuumanwendungen nach der Vakuummethode, Teile für Überdruck nach der Überdruckmethode.

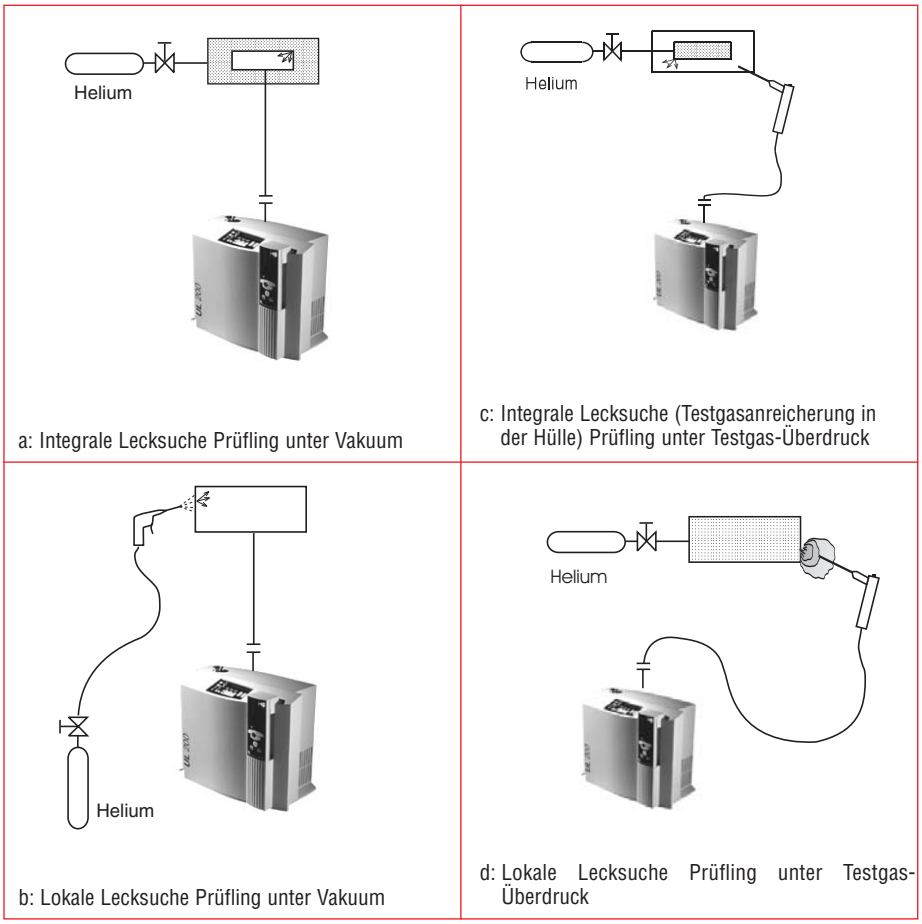
Bei der Messung von Leckraten unterscheidet man zwischen der Erfassung von

a. Einzellecks (**lokale Messung**), Abb. 9.4,b und 9.4,d oder die Erfassung der

b. Summe aller Lecks des Prüflings (**integrale Messung**), Abb. 5.4 a und 5.4 c.

Die kleinste, nach Abnahmespezifikation nicht mehr akzeptable Leckrate wird als **Rückweisleckrate** (engl. rejection rate) bezeichnet. Sie wird aus der Bedingung errechnet, daß der Prüfling während seiner geplanten Einsatzzeit mit einer bestimmten Sicherheit nicht – wegen durch Lecks verursachten Fehlern – ausfallen darf. Oft wird nicht die Leckrate unter Einsatzbedingungen des Prüflings bestimmt, sondern die Durchflußrate eines Prüfgases – vornehmlich Helium – unter Prüfbedingungen gemessen. Die so gewonnenen Werte müssen auf die tatsächlichen Einsatzbedingungen bezüglich Druck im Prüfling und außerhalb des Prüflings und Gasart (oder Flüssigkeit) umgerechnet werden.

Wenn im Prüfling Vakuum herrscht (p < 1 mbar) und außen Atmosphärendruck und als Prüfgas Helium verwendet wird, spricht man von **Helium-Standard-Bedingungen**. Helium-Standard-Bedingungen sind immer bei der Heliumlecksuche an einer Hochvakuumanlage gegeben, wenn die Anlagen mit einem Leckdetektor verbunden ist und mit Helium abgesprüht wird (**Sprüh-Technik**). Wird der Prüfling nur vom Leckdetektor selbst evakuiert, so spricht man von **Hauptstrombetrieb** des Leckdetektors (LD). Ist der Prüfling selbst eine komplette Vakuum-Anlage mit eigenen Vakuumpumpen und der Leckdetektor wird parallel zu den Anlagenpumpen betrieben, so spricht man von **Teilstrombetrieb**. Von Teilstrombetrieb spricht man auch, wenn parallel zum Leckdedektor eine separate Hilfspumpe verwendet wird.



a: Integrale Lecksuche Prüfling unter Vakuum

c: Integrale Lecksuche (Testgasanreicherung in der Hülle) Prüfling unter Testgas-Überdruck

b: Lokale Lecksuche Prüfling unter Vakuum

d: Lokale Lecksuche Prüfling unter Testgas-Überdruck

Abb. 9.4
Lecksuchmethoden – Fachausdrücke

Bei Anwendung der Überdruckmethode ist es manchmal unpraktisch oder unmöglich, die Leckrate direkt zu messen, wohl aber kann sie an einer den Prüfling umgebenden Hülle gemessen werden. Das kann durch Anschluß der Hülle an den Leckdetektor oder durch **Anreicherung** (Konzentrationserhöhung) des Prüfgases in der Hülle gemessen werden. Ein Sonderfall der Anreicherungsmethode ist der **„Bombing-Test"** (siehe 9.7.4). Bei der sogenannten **Schnüffeltechnik**, eine andere Variante der Überdruckmethode, wird das aus Lecks ausströmende (Prüf-) Gas durch eine besondere Vorrichtung gesammelt (abgesaugt) und dem Leckdetektor zugeführt. Das kann sowohl mit Helium als Prüfgas als auch mit Kältemitteln oder SF_6 durchgeführt werden.

9.4 Lecksuchmethoden ohne Lecksuchgerät

Die sinnvollste Unterscheidung der bei der Lecksuche zur Anwendung kommenden Prüfmethode ist die Unterscheidung, ob besondere Lecksuchgeräte zum Einsatz kommen oder nicht.

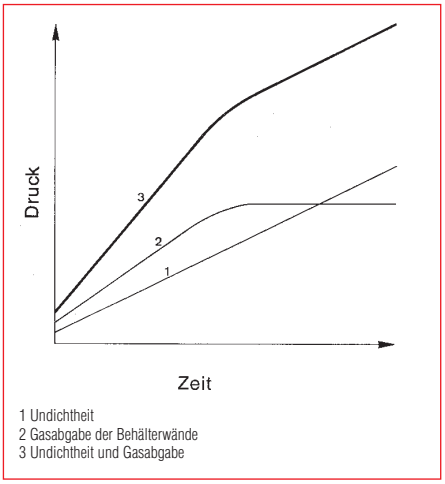
Im einfachsten Fall kann eine Undichtheit qualitativ, bei manchen Prüfmethoden aber auch quantitativ (als Leckrate) ohne Zuhilfenahme eines besonderen Lecksuchgerätes (Leckdetektors LD) festgestellt werden. So kann die Menge des aus einem undichten Wasserhahn abtropfenden Wassers zeitbezogen in einem Meßglas bestimmt werden, doch man wird dabei nicht von einem Lecksuchgerät sprechen. In jenen Fällen, in denen bei der Lecksuche auch ohne Lecksuchgerät die Leckrate bestimmbar ist (siehe z.B. Abschnitt 9.4.1), wird diese häufig auf die Heliumstandard-Leckrate (Abschnitt 9.2.1) umgerechnet. Dieser Standard Leckratenwert wird oft bei der Anfertigung von Abnahmezertifikaten benötigt, dient aber auch dem Vergleich

von Leckratenwerten, die mit Helium-Lecksuchgeräten ermittelt wurden.

Trotz sorgfältiger Prüfung der einzelnen Bauelemente können auch nach dem Zusammenbau in der Apparatur Lecks vorhanden sein. Sei es, daß Dichtungen schlecht sitzen oder die Dichtflächen beschädigt sind. Die zum Prüfen einer Apparatur verwendeten Verfahren hängen von der Größe der Undichtheiten ab bzw. von der angestrebten Dichtheit und auch davon, ob die Apparatur aus Metall oder aus Glas bzw. anderen Werkstoffen besteht. Im Folgenden werden einige Lecksuchmethoden skizziert. Sie werden den speziellen Anwendungsfällen entsprechend eingesetzt, wobei oft auch ökonomische Gesichtspunkte eine wichtige Rolle spielen.

9.4.1 Druckanstiegsprüfung

Diese Arte der Lecksuche macht von der Tatsache Gebrauch, daß eine Undichtheit eine zeitlich gleichbleibende Gasmenge in eine hinreichend evakuierte Apparatur einströmen läßt (verblockter Gasstrom, siehe Abb. 1.6). Im Gegensatz dazu nimmt die Gasabgabe von Behälterwänden und von den zur Dichtung verwendeten Materialien (falls diese nicht hinreichend gasfrei sind) mit der Zeit ab, da es sich dabei praktisch immer um kondensierbare Dämpfe handelt, für die sich ein Gleichgewichtsdruck einstellt (siehe Abb. 9.5). Für die Druckanstiegsmessung wird das pumpenseitige Ventil des evakuierten Rezipienten geschlossen. Dann wird die Zeit gemessen,



1 Undichtheit
2 Gasabgabe der Behälterwände
3 Undichtheit und Gasabgabe

Abb. 9.5
Druckanstieg in einem Behälter nach Abschalten der Pumpe

während welcher der Druck um einen bestimmten Betrag (etwa eine Zehnerpotenz) steigt. Das Ventil wird wieder geöffnet und einige Zeit gepumpt, worauf dieses Verfahren wiederholt wird. Bleibt die Zeit für den Druckanstieg konstant, so ist ein Leck vorhanden, vorausgesetzt daß die Wartezeit zwischen den einzelnen Druckanstiegsversuchen hinreichend lang war. Welche Wartezeit angemessen ist, hängt von der Art und Größe der Apparatur ab. Wird der Druckanstieg geringer, so ist dieser wahrscheinlich auf die Gasabgabe innerer Oberflächen zurückzuführen. Aus dem Verlauf der Druckanstiegskurve kann man versuchen, zwischen Undichtheiten und Verschmutzung zu unterscheiden: Im linearen Maßstab aufgetragen muß die Druckanstiegskurve beim Vorhandensein von Lecks linear bleiben, auch für hohe Drücke: wird der Druckanstieg durch Gasabgabe der Wände hervorgerufen (Verschmutzung), so wird der Druckanstieg allmählich kleiner und strebt einem Grenzwert zu. Meist treten beide Fälle gleichzeitig auf, so daß eine Trennung der beiden Ursachen oft schwierig, wenn nicht gar unmöglich wird. Diese Verhältnisse sind in Abb. 9.5 schematisch dargestellt. Hat man sich überzeugt, daß der Druckanstieg lediglich auf ein echtes Leck zurückzuführen ist, so läßt sich die Leckrate quantitativ aus dem zeitlichen Druckanstieg gemäß Gleichung (9.3) bestimmen:

$$Q_L = \frac{\Delta p \cdot V}{\Delta t} \qquad (9.3)$$

Beispiel: In einer Vakuumapparatur steigt nach dem Absperren des Rezipienten von 20 ℓ Inhalt von der Pumpe der Druck in 300 s von $1 \cdot 10^{-4}$ mbar auf $1 \cdot 10^{-3}$ mbar. Die Undichtheit (Leckrate) ist dann gemäß Gleichung 9.2

$$Q_L = \frac{\left(1 \cdot 10^{-3} - 1 \cdot 10^{-4}\right) \cdot 20}{300}$$

$$= \frac{9 \cdot 10^{-4} \cdot 20}{300} = 6 \cdot 10^{-5} \, \frac{\text{mbar} \cdot \ell}{\text{s}}$$

Die Leckrate als Massenstrom $\Delta m/\Delta t$ ergibt sich aus Gleichung 5.1 mit $Q_L = 6 \cdot 10^{-5}$ mbar $\cdot \ell$/s, T = 20 °C und der molaren Masse für Luft (M = 29 g/mol) zu

$$Q_L = \frac{\Delta m}{\Delta t} = 6 \cdot 10^{-5} \cdot \frac{\text{mbar} \cdot \ell}{\text{s}} \cdot 29 \, \frac{\text{g}}{\text{mol}} \cdot$$

$$\cdot \frac{\text{mol} \cdot \text{K}}{83{,}14 \text{mbar} \cdot \ell \cdot 2{,}93 \cdot 10^2 \text{K}} = 7 \cdot 10^{-8} \, \frac{\text{g}}{\text{s}}$$

Wird der Behälter beispielsweise mit einer Turbo-Molekularpumpe TURBOVAC 50 evakuiert (S = 50 ℓ/s), die über ein Absperrventil an den Behälter angesetzt ist, so hat man mit einem effektiven Saugvermögen am Behälter von etwa S_{eff} = 30 ℓ/s zu rechnen. Damit ergibt sich ein Enddruck von

$$p_{end} = \frac{Q_L}{S_{eff}} = \frac{6 \cdot 10^{-5} \text{mbar} \cdot \ell \cdot \text{s}^{-1}}{30 \ell \cdot \text{s}^{-1}}$$

$$= 2 \cdot 10^{-6} \text{mbar}$$

Natürlich kann man diesen Enddruck, falls er unbefriedigend ist, durch Verwendung einer größeren Pumpe (z.B.: TURBOVAC 151) verbessern und damit gleichzeitig die Auspumpzeit zum Erreichen des Enddruckes verkürzen.

Heute erfolgen Dichtheitsprüfungen an Vakuumanlagen aber meist mit Helium-Leckdetektoren nach der Vakuum-Methode (Sprühtechnik, siehe 9.7.1): Die Apparatur wird evakuiert und von außen mit einem Prüfgas besprüht; in diesem Fall muß das durch die Undichtheiten in die Vakuumanlage eingedrungene Prüfgas innerhalb der Apparatur nachgewiesen werden. Eine andere Möglichkeit ist die Dichtheitsprüfung nach der Überdruckmethode vorzunehmen: Die zu prüfende Apparatur wird unter geringem Überdruck mit einem Prüfgas (Helium) gefüllt, so daß das Prüfgas durch die Leckstellen nach außen dringt und außerhalb der Apparatur nachgewiesen wird. Der Nachweis erfolgt mit Lecksuchsprays (Seifenschaum, 9.4.5) oder bei Prüfgas He oder H_2 mit Leckdetektor und Schnüffeleinrichtung (9.7.2).

9.4.2 Druckabfallprüfung

Hier gelten analoge Überlegungen wie bei der Druckanstiegs-Methode (9.4.1). Die Methode wird allerdings zur Dichtheitsprüfung von Vakuum-Anlagen nur selten angewendet. Ist dies trotzdem der Fall, so darf der Überdruck 1 bar nicht überschreiten, da die in der Vakuumtechnik verwendeten

Flanschverbindungen höhere Überdrücke im allgemeinen nicht zulassen. Die Überdruckmethode ist aber im Behälterbau eine allgemein geübte Leckprüftechnik. Bei größeren Behältern und den oft damit verbundenen langen Prüfzeiten für den Druckabfall muß unter Umständen mit Temperaturänderungen gerechnet werden. Als Folge davon kann etwa bei Abkühlung der Sättigungsdampfdruck des Wasserdampfes unterschritten werden, so daß Wasser kondensiert, was bei der Messung des Druckabfalles entsprechend berücksichtigt werden muß.

9.4.3 Dichtheitsprüfung mit gasartabhängigen Vakuummetern

Die Gasartabhängigkeit der Druckanzeige von Vakuummetern (siehe Abschnitt 7.3) kann auch in gewissem Umfang zur Lecksuche herangezogen werden: So können vermutete Leckstellen beispielsweise mit Alkohol bepinselt oder besprüht werden. Durch ein Leck in die Apparatur einströmender Alkoholdampf, dessen Wärmeleitvermögen und Ionisierbarkeit sich von den Eigenschaften der Luft stark unterscheidet, wird die Druckanzeige mehr oder weniger verändern. Das Vorhandensein genauerer und einfach zu bedienender Helium-Leckdetektoren hat allerdings die eben genannte Methode praktisch bedeutungslos gemacht.

9.4.4 Blasen-Tauchprüfung (Bubble-Test)

Der Prüfling wird mit Überdruck in ein Flüssigkeitsbad getaucht. Aufsteigende Gasbläschen (bubbles) zeigen die Undichtheit an. Die Leckfindung ist stark von der Aufmerksamkeit der prüfenden Person abhängig und verleitet zur Erhöhung der „Empfindlichkeit“ zur Anwendung immer höherer Überdrücke, wobei manchmal die hierfür geltenden Sicherheitsbestimmungen unbeobachtet bleiben. Die Methode ist bei geringen Leckraten sehr zeitraubend, wie die Tabelle 9.3 zeigt. Sie bezieht sich auf die Dichtheitsprüfung von mit Kältemittel R134a betriebenen Kälteanlagen; bei diesen wird die Leckrate in Gramm Kältemittelverlust pro Jahr angegeben (g/a). Als Prüfflüssigkeit nimmt man Wasser (eventuell erhitzt, mit oder ohne Netzmittel) oder Mineralöle. Ihre Oberflächenspannung sollte 75 dyn/cm (1 dyn = 10^{-5} N) nicht überschreiten.

9.4.5 Blasen-Sprühprüfung

In vielen Fällen lassen sich Überdruck führende Behälter oder Gasleitungen (auch Gasversorgungsleitungen für Vakuumanlagen) besonders gut auf Dichtheit prüfen, indem sie mit einer Seifenlösung bepinselt oder angesprüht werden. Entsprechende Lecksuchsprays sind im Handel erhältlich. Austretendes Gas bildet an den Leckstellen „Seifenblasen“. Auch hier ist das Erkennen kleiner Lecks zeitraubend und stark von der Aufmerksamkeit des Prüfers abhängig. Einen Sonderfall bilden die Wasserstoffgas-Kühlversorgungssysteme von Kraftwerksgeneratoren. Diese werden zwar manchmal noch auf diese Art geprüft, sie können aber besser und viel empfindlicher durch „Abschnüffeln“ des an Leckstellen austretenden Wasserstoffes mit einem auf H_2 justierten He-Leckdetektor durch „Abschnüffeln“ geprüft werden (siehe 9.7.2).

9.4.6 Blasen-Vakuumboxprüfung

In Abwandlung der obigen Sprühtechnik, bei der das austretende Gas die Blasen verursacht, kann auf die zu untersuchende Oberfläche nach Besprühen mit Seifenlösung eine sogenannte Vakuumbox mit Dichtung (wie eine Taucherbrille) angebracht werden. Diese Box wird durch eine Vakuumpumpe evakuiert. An Leckstellen wird nun von außen eindringende Luft innen in der Box Blasen verursachen, die durch das Glasfenster der Box beobachtet werden können. So können beispielsweise auch ebene Bleche auf Leckstellen überprüft werden. Vakuumboxen gibt es für verschiedene Anwendungen mit den unterschiedlichsten Oberflächenformen.

9.4.7 Krypton 85 – Prüfung

In kleine, hermetisch gekapselte Teile deren Kapselung leck ist, kann Krypton 85, ein gasförmiges, radioaktives Isotop, zunächst mit äußerem Überdruck hineingepresst werden. Nach einer genau bemessenen Verweilzeit unter Überdruck wird nach Abspülen des Teiles die Aktivität der „Gasbeladung“ gemessen. Auf gleiche Art kann auch Helium als Prüfgas verwendet werden (siehe 9.7.4, Bombing-Test).

9.4.8 Hochfrequenz-Vakuumprüfung

Zur Prüfung des Druckes in Glasapparaturen, aber auch zur Lokalisierung poröser Stellen in Kunststoff- oder Lacküberzügen auf Metallen, kann der sogenannte Hochfrequenz-Vakuumprüfer verwendet werden. Er besteht aus einem Handgerät mit bürstenförmiger HF-Elektrode und einem Netzgerät. Als grobe Kriterien für den in einer Glasapparatur herrschenden Druck können Form und Farbe der elektrischen Gasentladung dienen. Beim Vakuumprüfer – der im wesentlichen aus einem Tesla-Transformator (der einen hochgespannten,

Verlust von Kältemittel R134a pro Jahr	Äquivalente R134a Leckrate bei 25 °C	Zeit für 10 Gas blasen, ∅ 2 mm	Suchzeit mit Helium-Leckdetetektor
g/a	mbar · ℓ/s	s	s
430	$3{,}32 \cdot 10^{-3}$	3,2	einige Sekunden
86	$6{,}63 \cdot 10^{-4}$	15,8	einige Sekunden
21,5	$1{,}66 \cdot 10^{-4}$	63,1	einige Sekunden
17,2	$1{,}33 \cdot 10^{-4}$	1 min ,48 s	einige Sekunden
4,3	$3{,}32 \cdot 10^{-5}$	5 min, 15 s	einige Sekunden
0,86	$6{,}63 \cdot 10^{-6}$	26 min, 19 s	einige Sekunden
0,1 *)	$7{,}70 \cdot 10^{-7}$	3 h, 46 min	einige Sekunden

*) Diese Leckrate ist die Nachweisgrenze guter Halogen-Leckdetektoren (≈ 0,1 g/a)

Tabelle 9.3
Vergleich Blasenmethode (Tauchtechnik) – Helium-Leckdetektor

hochfrequenten Wechselstrom liefert) besteht – wird durch Annäherung der Sprühelektrode an die Apparatur in dieser eine elektrodenlose Entladung erzeugt. Intensität und Farbe dieser Entladung hängen vom Druck und von der Gasart ab. Die Leuchterscheinung der Entladung läßt einen Schluß auf die Größenordnung des in der Apparatur herrschenden Druckes zu. Bei hohen und niederen Drücken verschwindet das Leuchten der Entladung.

Zur Lecksuche bei Glasapparaturen werden die leckverdächtigen Stellen mit der Elektrode des Hochfrequenz-Vakuumprüfers abgetastet. Bei Vorhandensein einer Undichtheit schlägt der Funke zu der Pore in der Glaswand hin, in der sich eine hell leuchtende Entladungsbahn zeigt. Kleine Poren können durch diese Funken vergrößert werden! Auch dünne Stellen im Glas, besonders an Verschmelzstellen und Übergangsstellen bei Zwischengläsern, können durch die Sprühentladung des Vakuumprüfers durchgeschlagen werden. Ursprünglich dichte Apparaturen werden auf diese Weise undicht! Der Hochfrequenz-Vakuumprüfer ist seiner Arbeitsweise entsprechend im Gegensatz zu den eigentlichen Lecksuchgeräten nur beschränkt einsetzbar.

9.4.9 Prüfung mit chemischen Reaktionen und Farbeindringprüfung

Gelegentlich können Leckstellen auch durch chemische Reaktionen, die eine Verfärbung zur Folge haben, oder durch Eindringen einer Farblösung in feine Zwischenräume lokalisiert bzw. nachgewiesen werden. Auf diese Weise wurde früher bei Lötstellen von Kälteaggregaten die Flammenfärbung von durch Lecks ausströmenden Halogen-Gas zur Lokalisierung von Lecks herangezogen.

Ein seltener anwendbares Beispiel für eine chemische Reaktion wäre die von austretendem Ammoniak mit Ozalidpapier (Lichtpauspapier) oder mit anderen entsprechend präparierten Stoffen, die außen um den Prüfling gewickelt wurden. Leckstellen erkennt man an der Verfärbung des Papieres.

Ein Beispiel für eine Farbeindringprüfung ist die Prüfung der Dichtheit von Gummistöpseln oder -Kolben in Glasrohren, wie sie mitunter bei Materialeignungsprüfungen für Einwegspritzen oder Arzneimittelverpackungen angewendet wird. Bei der Beurteilung kleinster Lecks für Flüssigkeiten muß auch die Benetzbarkeit der Festkörperoberfläche und die Kapillarwirkung berücksichtigt werden; siehe auch Tabelle 9.1. Einige weiter verbreitete Lecksuchmethoden sind mit Prüfgas, Anwendungsbereich und ihren Besonderheiten in Tabelle 9.4 zusammengestellt.

Methode	Prüfgas	Kleinste nachweisbare Leckrate		Druckbereich	Quantitative Messung
		mbar · ℓ · s	g/a R 134 a		
Schaumbildende Flüssigkeiten	Luft und andere	10^{-4}	$7 \cdot 10^{-1}$	Überdruck	Nein
Ultraschall-Mikrofon	Luft und andere	10^{-2}	70	Überdruck	Nein
Wärmeleitfähigkeits-Lecksucher	Andere Gase außer Luft	10^{-3} - 10^{-5}	10^{-1} - 7	Überdruck und Vakuum	Nein
Halogen-Lecksuche	Halogenhaltige Substanzen	10^{-6} (10^{-5})	10^{-1} (10^{-1})	Überdruck (Vakuum)	Mit Einschränkungen
Universal Schnüffel-Lecksuche	Kältemittel Helium und andere Gase	10^{-5}	10^{-1}	Überdruck	Ja
Helium-Lecksuche	Helium	10^{-12} 10^{-7}	$7 \cdot 10^{-9}$ $7 \cdot 10^{-4}$	Vakuum Überdruck	Ja
Blasenprüfung (Bubble Test)	Luft und andere Gase	10^{-3}	7	Überdruck	Nein
Wasserdruck-Prüfung	Wasser	10^{-2}	70	Überdruck	Nein
Druckabfall-Prüfung	Luft und andere Gase	10^{-4}	$7 \cdot 10^{-1}$	Überdruck	Ja
Druckanstiegs-Prüfung	Luft	10^{-4}	$7 \cdot 10^{-1}$	Vakuum	Ja

Tabelle 9.4
Vergleich von Lecksuchmethoden

9.5 Leckdetektoren (LD) und ihre Arbeitsweisen

Dichtheitsprüfungen werden heute überwiegend mit speziellen Lecksuchgeräten durchgeführt. Mit diesen können wesentlich geringere Leckraten festgestellt werden, als mit Methoden, die ohne besondere Geräte auskommen. Diese Methoden beruhen alle auf der Verwendung bestimmter Prüfgase. Der Unterschied der physikalische Eigenschaften der Püfgase von den Gasen beim realen Einsatz bzw. in Umgebung der Prüfanordnung wird von den Lecksuchgeräten gemessen. Das kann z. B. die unterschiedliche Wärmeleitung von Prüfgas und umgebender Luft sein. Die heute verbreitetste Methode ist aber der Nachweis von Helium als Prüfgas.

Die Funktion der meisten Lecksuchgeräte basiert darauf, daß die Prüfung mit einem besonderen Prüfgas, also einem anderen Medium erfolgt, als das beim normalen Betrieb zum Einsatz kommende. Die Leck-Prüfung erfolgt beispielsweise mit Helium, das mit einem Massenspektrometer nachgewiesen wird, obwohl das zu prüfende Teil etwa ein Herzschrittmacher sein kann, dessen Innenteile bei normalem Betrieb vor dem Eindringen von Körperflüssigkeit geschützt werden müssen. Allein dieses Beispiel macht deutlich, daß die unterschiedlichen Fließeigenschaften von Prüf- und Arbeitsmedium berücksichtigt werden müssen.

9.5.1 Halogen-Leckdetektoren

9.5.1.1 Halogen-Diodenprinzip (HLD4000, D-Tek)

Gasförmige chemische Verbindungen, deren Moleküle Chlor und/oder Fluor enthalten, wie z. B. die Kältemittel R22 und R134a beeinflussen die Emission von Alkali-Ionen aus einer Oberfläche, die mit einem Gemisch aus KOH und Eisen(III)hydroxyd imprägniert wurde und durch einen externen Heizer auf eine Temperatur von etwa 800 °C bis 900 °C gebracht wird. Die emittierten Ionen fliegen zu einer Kathode (Halogen-Dioden-Prinzip). Dort wird der Ionenstrom gemessen und verstärkt. Dieser Effekt ist so groß, daß Halogen-Partialdrücke von 10^{-7} mbar noch nachgewiesen werden können.

Während früher solche Geräte zur Lecksuche nach der Vakuummethode verwendet wurden, werden heute wegen den FCKW-Problematik nur mehr Schnüffelgeräte gebaut. Die erreichbare Nachweisgrenze liegt für alle Geräte etwa bei $1 \cdot 10^{-6}$ mbar $\cdot \ell$/s. Nach dem Halogendiodenprinzip arbeitende Geräte können auch SF_6 nachweisen. Mit diesen Schüffelgeräten wird also nachgewiesen, ob aus einem Kälteaggregat durch Lecks Kältemittel oder aus einem Schalterkasten SF_6 (Funkenlöschgas) entweicht.

9.5.1.2 Infrarotprinzip (HLD5000)

Im HLD5000 wird die physikalische Eigenschaft von Molekülen ausgenutzt, Infrarotstrahlung absorbieren zu können. Das durch die Schnüffelleitung angesaugte Testgas durchströmt eine Küvette, durch die infrarotes Licht gesendet wird. Aus diesem wird ein engeres Band ausgefiltert in dem infrarot aktive Messgase (Kältemittel) Absorptionslinien haben. Das durch die unterschiedliche Absorption der verschiedenen Kältemittel modifizierte Infrarotsignal wird von einem Sensor erfaßt, verarbeitet und zur Anzeige gebracht. Die Nachweisgrenze liegt bei $5 \cdot 10^{-5}$ mbar $\cdot \ell$/s. Durch eine ständige Referenzgasmessung der Umgebungsluft wird die Untergrundkonzentration des Meßgases oder störender anderer Gase bei der Meßwertbildung automatisch berücksichtigt und ausgeglichen.

9.5.2 Leckdetektoren mit Massenspektrometern (MS)

Der massenspektrometrische Nachweis von Prüfgas ist bei weitem die empfindlichste und am weitesten verbreitetste in der Industrie angewendete Lecksuchmethode. Die hierfür entwickelten massenspektrometrischen Lecksuchgeräte ermöglichen die quantitative Messung von Leckraten in einem über viele Zehner-Potenzen gehenden Bereich (siehe Abschnitt 9.2), wobei die untere Grenze $\approx 10^{-12}$ mbar $\cdot \ell$/s beträgt, und damit sogar den Nachweis der natürlichen Gasdurchlässigkeit (Permeation) von Feststoffen ermöglicht, wenn Helium als Prüfgas verwendet wird. Grundsätzlich können eigentlich alle Gase massenspektrometrisch nachgewiesen werden. Unter allen Möglichkeiten hat sich aber die Verwendung von Helium als Prüfgas als besonders praktisch erwiesen: Helium ist im Massenspektrometer eindeutig (!) nachweisbar, chemisch inert, nicht explosiv, nicht gesundheitsgefährlich, in der normalen Luft nur mit 5 ppm vorhanden und recht preiswert. In handelsüblichen massenspektrometrischen Heliumlecksuchgeräten werden zwei Arten von Massenspektrometern verwendet:

a) Das Quadrupol-Massenspektrometer, allerdings seltener, wegen des aufwendigeren Aufbaues (vor allem der elektrischen Versorgung des Sensors), oder

b) Das 180°-Sektorfeld-Massenspektrometer, überwiegend wegen des relativ einfachen Aufbaues.

Unabhängig vom Funktionsprinzip bestehen alle Massenspektrometer aus drei physikalisch wichtigen Funktionsgruppen: Ionenquelle, Trennsystem und Ionenfänger. Der Weg von der Ionenquelle durch das Trennsystem zum Ionenfänger soll von den Ionen möglichst ohne Zusammenstöße mit Gasmolekülen zurückgelegt werden. Dieser Weg beträgt bei allen Spektrometertypen etwa 15 cm und erfordert daher eine mittlere freie Weglänge von mindestens 60 cm, was einem Druck von etwa $1 \cdot 10^{-4}$ mbar entspricht d. h. ein Masssenspektrometer arbeitet nur im Vakuum. Das Evakuieren des Spektrometers erfordert wegen des Mindestvakuums von $1 \cdot 10^{-4}$ mbar ein Hochvakuumsystem. In modernen Leckdetektoren werden dafür Turbo-Molekularpumpen und geeignete Vorvakuumpumpen eingesetzt. Zu den einzelnen Baugruppen gehören dann noch die nötigen elektrischen und elektronischen Versorgungssysteme und eine Software, die über einen Mikroprozessor einen möglichst automatischen Bedienungsablauf mit allen Einstell- und Kalibrierroutinen sowie einer Meßwertanzeige erlaubt.

9.5.2.1 Die Funktionsweise eines Leckdetektors mit MS

Die Grundfunktion eines Leckdetektors und der Unterschied Leckdetektor – Massenspektrometer soll an Hand von Abb. 9.6 erläutert werden: Die Skizze zeigt die meistverbreitetste Anordnung einer Lecksuche nach der Helium-Sprühmethode (siehe 9.7.1) an einem Vakuumbauteil. Wenn beim Spülen Helium durch ein Leck in das Bauteil eindringt, wird es durch das Innere des Leckdetektors bis zum Auspuff gepumpt, wo es den Detektor wieder verläßt. Dichtheit des Detektors vorausgesetzt, bleibt unabhängig von Querschitt und Leitungsführung die pro Zeiteinheit durch jeden Rohrquerschnitt (an beliebiger Stelle) fließende Gasmenge konstant. Für den Eintritt in den Pumpstutzen der Vakuumpumpe gilt:

$$Q = p \cdot S \qquad (9.4)$$

Für alle anderen Stellen gilt unter Berücksichtigung der Leitungsverluste

$$Q = p \cdot S_{eff} \qquad (9.4a)$$

Die Gleichung gilt für alle Gase, die durch die Rohrleitung gepumpt werden, also auch für Helium.

$$Q_{He} = p_{He} \cdot S_{eff,\,He} \qquad (9.4b)$$

In diesem Fall ist die Gasmenge pro Zeiteinheit die gesuchte Leckrate, jedoch darf nicht der Totaldruck angewendet werden, sondern nur der Helium-Anteil oder Heliumpartialdruck. Dieses Signal liefert das auf die Masse 4 (Helium) eingestellte Massenspektrometer. Für jede Baureihe von Leckdetektoren ist der Wert von S_{eff} eine Konstante, so daß durch einen Mikroprozessor das aus dem Massenspektrometer kommende Signal noch mit einer konstanten Zahl zu multiplizieren ist und das Ergebnis unmittelbar als **Leckrate** zur **Anzeige** gelangt.

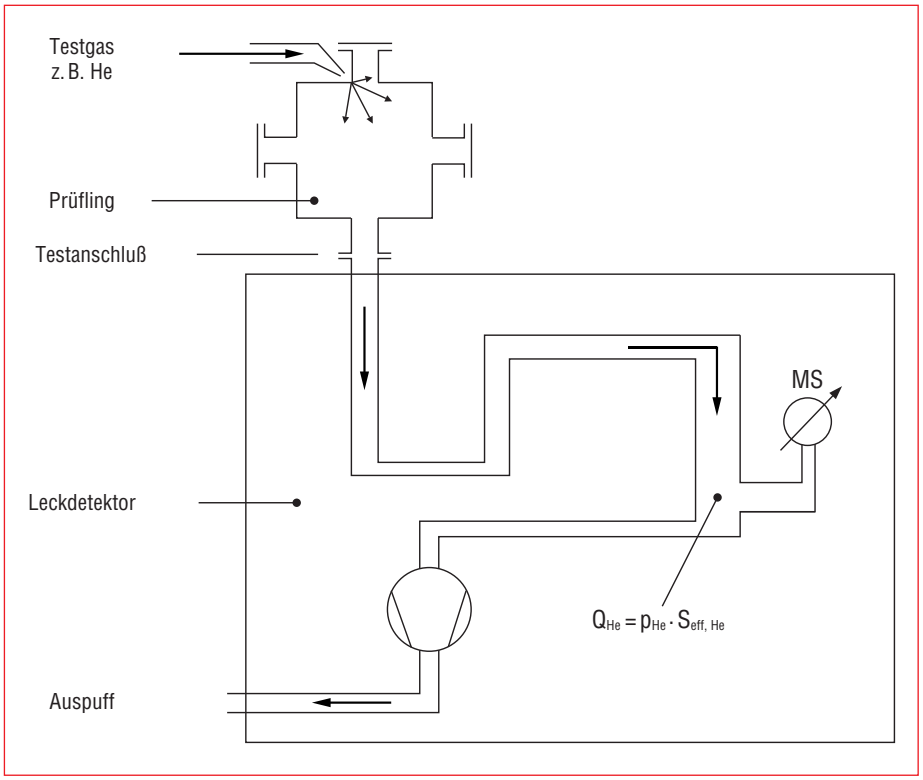


Abb. 9.6
Grundsätzliche Funktion des Leckdetektors

9.5.2.2 Nachweisgrenze, Untergrund, Gasspeicherung im Öl (Gasballast), gleitende Nullpunktunterdrückung

Die kleinste nachweisbare Leckrate ist durch den natürlichen Untergrund des nachzuweisenden Gases gegeben. Auch bei geschlossenem Prüfanschluß des Leckdetektors gelangt jedes Gas – entgegen der Pumprichtung – durch den Auspuff über die Pumpen (aber durch deren Kompression entsprechend gemindert) bis in das Spektrometer und wird dort nachgewiesen, wenn die elektronische Mittel ausreichen. Das entstehende Signal stellt die Nachweisgrenze dar. Das zum Evakuieren des Massenspektrometers benutzte Hochvakuumsystem besteht üblicherweise aus einer Turbo-Molekularpumpe und einer ölgedichtete Drehschieberpumpe. (Früher wurden an statt der Turbo-Molekularpumpen Diffusionspumpen verwendet.) Das Dichtungsöl in den Drehschieberpumpen hat, wie jede Flüssigkeit, die Eigenschaft Gase zu lösen, bis ein Gleichgewicht zwischen gelöstem Gas im Öl und Gas außerhalb des Öls erreicht wird. Bei warmgelaufenen Pumpen entspricht dieser Gleichgewichtszustand der Nachweisgrenze des Leckdetektors. Das im Öl gespeicherte Helium beeinflußt also die Nachweisgrenze des Leckdetektors. Prüfgas kann aber nicht nur durch den Prüfanschluß in den Leckdetektor gelangen: Durch unsachgemäße Installation oder ungeschickte Handhabung des Prüfgases kann Prüfgas durch den Auspuff, das Belüftungs- oder das Gasballastventil in das Innere des Detektors gelangen, dort den Heliumpegel im Öl und in Elastomerdichtungen erhöhen und dadurch im Massenspektrometer ein Untergrundsignal hervorrufen, das deutlich über der Nachweisgrenze liegt. Bei richtiger Installation des Gerätes (siehe Abb. 9.7), sind Gasballastventil und Belüftungsventil mit Frischluft verbunden und die Auspuffleitung (Ölfilter!) soll zumindest aus dem Raum, wo die Lecksuche stattfindet, herausgeführt sein.

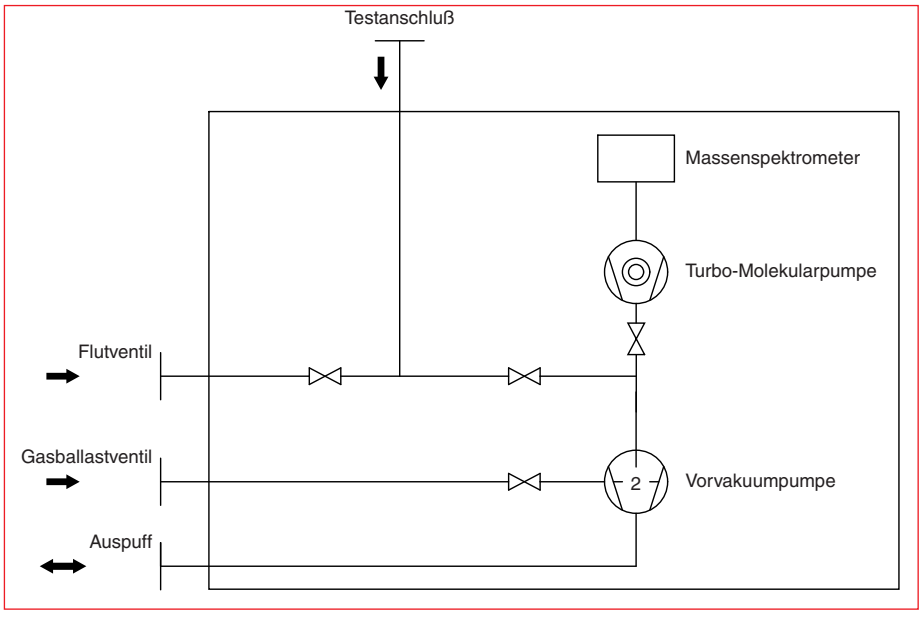


Abb. 9.7
Richtige Installation des Leckdetektors

Ein erhöhter Prüfgas- (Helium-) Untergrund kann durch Öffnen des Gasballastventiles und Einleiten von prüfgasfreiem Gas (heliumfreiem Gas, Frischluft) wieder abgesenkt werden. Das gelöste Helium wird gewissermaßen herausgespült. Da die Wirkung immer nur den augenblicklich in der Pumpenkörper befindlichen Teil des Öles betrifft, muß der Spülvorgang so lange fortgesetzt werden, bis alles Öl aus dem Ölkasten der Pumpe mehrmals umgewälzt wurde. Diese Zeitspanne beträgt etwa 20 – 30 Minuten.

Um dem Benutzer das laufende Beobachten des Untergrundes abzunehmen und die Bedienung der Geräte zu vereinfachen, wurde in die Bedienungsautomatik aller von LEYBOLD gelieferten Leckdetektoren (Abschnitt 9.5.2.5) die sogenannte gleitende Nullpunktunterdrückung integriert. Dabei wird der nach dem Schließen des Einlaßventiles gemessene Untergrund gespeichert und nach dem Wiederöffnen des Ventils automatisch von der kommenden Messung abgezogen. Erst bei einer relativ hohen Schwelle erscheint auf der Anzei-

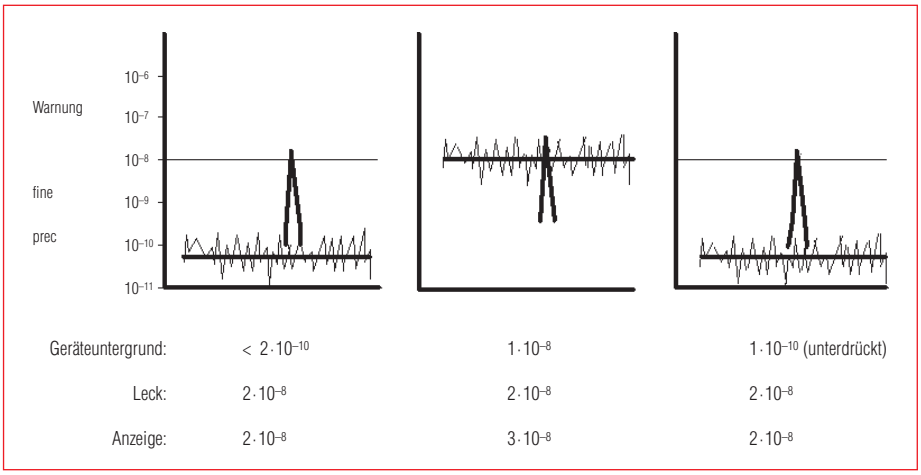


Abb. 9.8
Beispiel für Nullpunktunterdrückung

getafel (Display) eine Warnung vor dem zu großen Untergrund. Abb. 9.8 soll den Vorgang bei der Nullpunktunterdrückung veranschaulichen. Bild links: Das Signal ist deutlich größer, als der Untergrund; Bild mitte: Der Untergrund ist sehr stark angestiegen, das Signal ist kaum zu erkennen; Bild rechts: Der Untergrund wurde elektrisch unterdrückt, das Signal ist wieder deutlich zu erkennen.

Unabhängig von dieser gleitenden Nullpunktunterdrückung bieten alle Leckdetektoren die Möglichkeit der manuellen Nullpunktverschiebung. Dabei wird die augenblickliche Anzeige des Leckdetektors „auf Null gesetzt“, so daß nur ein Anwachsen der Leckrate ab diesem Zeitpunkt angezeigt wird. Das dient nur der leichteren Beurteilung einer Anzeige, kann aber ihre Genauigkeit natürlich nicht beeinflussen.

Moderne Leckdetektoren haben immer öfter ölfreie Vakuumsysteme, sogenannte „trockene Leckdetektoren“ (**UL 200 dry, UL 500 dry**). Dort tritt das Problem der Gasspeicherung im Öl zwar nicht auf, dennoch werden ähnliche Spültechniken eingesetzt.

9.5.2.3 Kalibrieren von Leckdetektoren, Prüflecks

Unter Kalibrierung eines Leckdetektors versteht man das Abgleichen der Anzeige eines Leckdetektors bei Anschluß eines Prüflecks (früher Testlecks) mit dessen Wert laut „Etikett“ oder Kalibrierschein. Voraussetzung dafür ist die korrekte Einstellung der Ionenbahnen im Spektrometer, die Justierung (engl. tuning). Oft wird nicht so genau unterschieden und beide Vorgänge zusammen Kalibrierung genannt.

Beim eigentlichen Kalibrieren wird die Gerade, die den zahlenmäßig richtigen, linearen Zusammenhang zwischen Gasdurchfluß pro Zeiteinheit und Leckrate darstellt durch zwei Punkte bestimmt: den Nullpunkt (keine Anzeige ohne Emission) und den mit Prüfleck angezeigten Wert (richtige Anzeige bei bekanntem Leck).

Bei Vakuumbetrieb (Sprühtechnik, siehe 9.7.1) hat man zwischen zwei Arten von Kalibrierungen zu unterscheiden: Mit internem oder mit externem Prüfleck. Mit einem in den Leckdetektor eingebauten Prüfleck kann nur das Gerät selbst kalibriert werden, während mit einem externen Prüfleck das Gerät selbst, aber auch eine komplette Anordnung, beispielsweise eine Teilstromanordnung, mit einbezogen werden kann. Interne Prüflecks sind fest eingebaut und können nicht verloren gehen. Alle von LEYBOLD zur Zeit vertriebenen Leckdetektoren sind mit einer automatischen Kalibrierroutine ausgestattet.

Schnüffelgeräte oder -anordnungen müssen in der Regel mit besonderen externen Prüflecks kalibriert werden, bei denen sichergestellt ist, daß einerseits das gesamte aus dem Prüfleck stammende Prüfgas in die Schnüffelspitze gelangt und andererseits der Gasdurchfluß der Schnüffeleinrichtung durch das Kalibrieren nicht behindert wird (siehe Abb. 9.9). Bei Messungen mit der Schnüffeltechnik (siehe 9.7.2) muß auch der Abstand der Schnüffelspitze von der Prüflingsoberfläche und die Abtastgeschwindigkeit berücksichtigt bzw. „mit kalibriert“ werden. Im Sonderfall von Konzentrationsmessungen mit Helium kann eine Kalibrierung mit dem weltweit konstanten Heliumgehalt der Luft (5 ppm) erfolgen.

Prüflecks (alte Bezeichnung: Testlecks) bestehen normalerweise aus einem Gasvorrat, einer Drosselstelle mit definiertem Leitwert und einem Ventil. Der Aufbau richtet sich nach der angestrebten Leckrate. Abb. 9.10 zeigt verschiedene Prüflecks. Als Drosselstellen sind bei Leckraten $10^{-10} < Q_L < 10^{-7}$ Permeationsstrecken üblich, zwischen 10^{-8} und 10^{-4} Kapillaren und für sehr große Leckraten im Bereich von 10 bis 1000 mbar·ℓ/s nur mehr Rohrstücke oder Blenden mit genau definiertem Leitwert (Abmessungen).

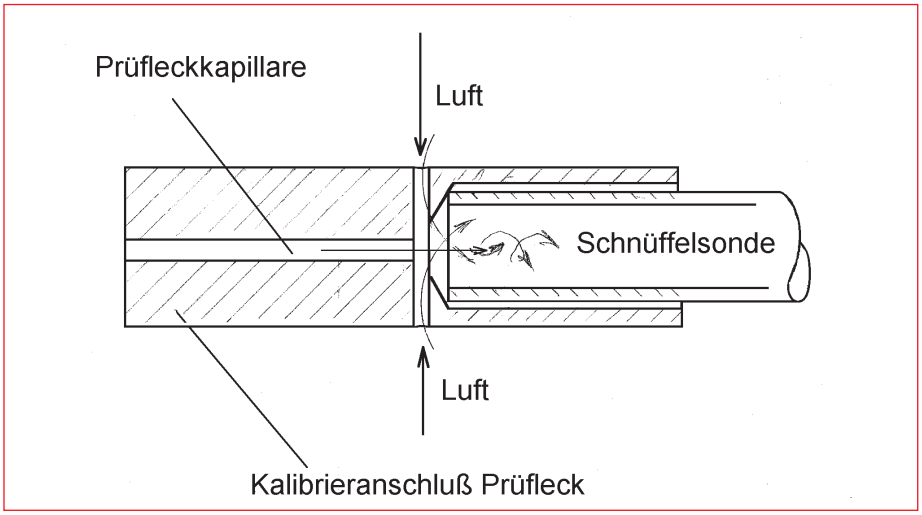


Abb. 9.9
Kalibrieranschluß von Schnüffelprüflecks

a b c d e

a Prüfleck ohne Gasvorrat TL4, TL6
b Prüfleck für Schnüffel- und Vakuumanwenungen TL4-6
c (internes) Kapillar-Prüfleck TL7
d Permeations- (Diffusions-) Prüfleck TL8, TL9
e Kältemittelprüfleck

Abb. 9.10
Beispiele für den Aufbau von Prüflecks

Eine Sonderstellung nehmen Prüflecks mit Kältemittelfüllung ein, weil die Kältemittel bei Raumtemperatur flüssig sind und üblicherweise einen Dampfdruck zwischen etwa 4 bar und 10 bar haben. Ein schwer lösbares, technologisches Problem stellt die Verstopfungsgefahr der Kapillaren dar: Alle Kältemittel sind auch sehr gute Lösungsmittel für Fette und Öle und daher vielfach stark verunreinigt, so daß es schwierig ist, die Prüflecks mit „reinem" Kältemittel zu füllen. Maßgebend ist dabei nicht die chemische Zusammensetzung, sondern vor allem Partikel, welche als Schwebekörper im Kältemittel vorhanden sind und die feinen Kapillaren immer wieder verstopfen.

Die einfachste Bauweise ist im Dampfraum eine geeignete Kapillare anzuschließen, durch die der Kältemitteldampf zur Atmosphäre hin austritt. Dies setzt aber immer eine aufrechte Lage des Prüflecks voraus, weil sonst Flüssigkeit in die Kapillare eindringt und sie verstopft, zumal die Kapillaren für diese Art von Prüflecks wegen des hohen Dampfdruckes besonders eng sein müssen.

Abb. 9.11
Schnüffel-Prüfleck mit Druckregler

Etwas günstiger ist die Zweikammerbauweise: Solche Prüflecks haben einen Vorratsraum für Flüssigkeit von dem aus über ein Absperrventil ein zweiter Behälter erreicht wird, der vor der Benützung nur mit dem Dampf (Dampfdruck) des Kältemittels gefüllt wird. Danach können dort mittels eines Dampfablaßventils alle Drücke zwischen Dampfdruck des Kältemittels und Atmosphärendruck als Vordruck für die Kapillare eigestellt werden (Abb. 9.10e). Auch hier besteht bei unsachgemäßer Handhabung die Gefahr, daß Flüssigkeit in den zweiten Behäter eindringt und letztlich zu einer Verstopfung der Kapillare führt.

Am besten hat sich eine dritte Bauart bewährt: Hier wird ein etwas größeres Vorratsgefäß nur mit Kältemitteldampf bis knapp unterhalb des Dampfdruckes gefüllt, so daß sich im Vorratsgefäß gar keine Flüssigkeit befindet. Der Druck in diesem Gefäß wird durch einen Druckregler auf ein niedriges Niveau geregelt. Erst von diesem Niveau strömt der Kältemitteldampf durch die Kapillare, bis der Druck im Vorratsgefäß auch auf dieses Niveu gefallen ist. Durch den niedrigeren Druck vor der Kapillare kann diese etwas dicker sein, was die Verstopfungsgefahr noch weiter verringert. Die durch geringere Füllmenge verursachte kürzere Betriebszeit wird durch die deutlich verbesserte Betriebssicherheit mehr als ausgeglichen.

9.5.2.4 Leckdetektoren mit Quadrupol-MS (Ecotec II)

Leckdetektoren mit Quadrupol-Massenspektrometer werden von LEYBOLD für die Erfassung von höheren Massen als Helium gebaut. Von Sonderfällen abgesehen handelt es sich dabei um Kältemittel oder Lampenfüllgase. Diese Geräte dienen also vielfach zur Prüfung der Dichtheit von Kälteaggregaten, insbesondere solche von Kühlschränken und Klimageräten.

Abb. 8.2 in Abschnitt 8 zeigt das Funktionsschema eines Quadrupol-Massenspektrometers. Von den vier Stäben des Trennsystems haben je zwei gegenüberliegende gleiches Potential und regen die in der Mitte durchfliegenden Ionen zu Transversalschwingungen an. Nur wenn die Amplitude dieser Schwingungen kleiner als der Stababstand bleibt, kann das entsprechende Ion das Stabsystem passieren und letztlich den Ionenfänger erreichen, wo es ent-

laden und dadurch gezählt wird. Der dadurch in der Leitung entstehende Elektronenstrom bildet das eigentliche Meßsignal. Die anderen Ionen treffen auf einen der Stäbe und werden dort entladen.

Abb. 9.12 zeigt das Vakuumschema eines Ecotec II. Man erkennt das zweifache Gaseinlaßsystem: den (Hauptstrom-) Einlaß für Kältemittel über Flußteiler 1 und den (Gegenstrom-) Einlaß für Helium in die Turbo-Molekularpumpe über Flußteiler 2, da bei hohen Massen das Gegenstromprinzip nicht angewendet werden kann. Auf diese Weise kann mit dem Gerät sowohl nach Kältemitteln als auch nach Helium geschnüffelt werden. Eine weitere Besonderheit ist die doppelte Nutzung der zweistufigen Membranpumpe des Vakuumsystems für das Quadrupol-MS und zusätzlich nur die erste Stufe dieser Pumpe zur Förderung des Schnüffelgasstromes. Das Gerät läßt sich einfach an der Bedieneinheit von Helium auf verschiedene Kältemittel umschalten, die zum Teil frei wählbar sind. Natürlich muß das Gerät für jede dieser Masse extra kalibriert werden. Die eingestellten Werte bleiben jedoch erhalten, so daß man nach erfolgter Kalibrierung für alle Gase (für jedes Gas ist ein eigenes Prüfleck erforderlich!) unmittelbar von einem Gas auf ein anderes umschalten kann.

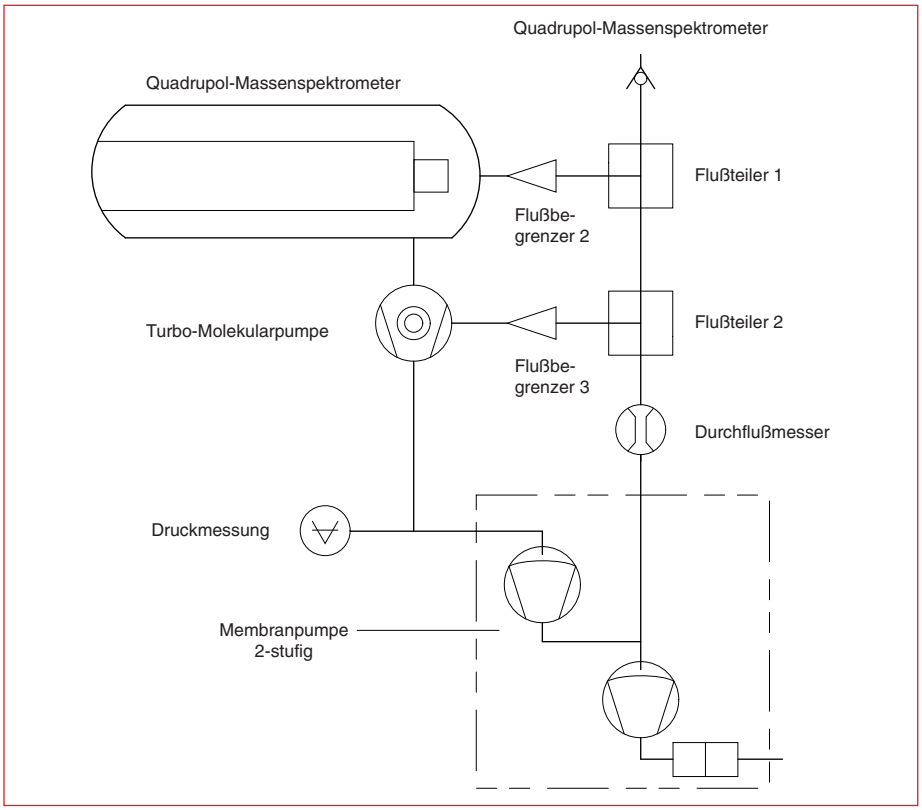


Abb. 9.12
Vakuumschema des Ecotec II

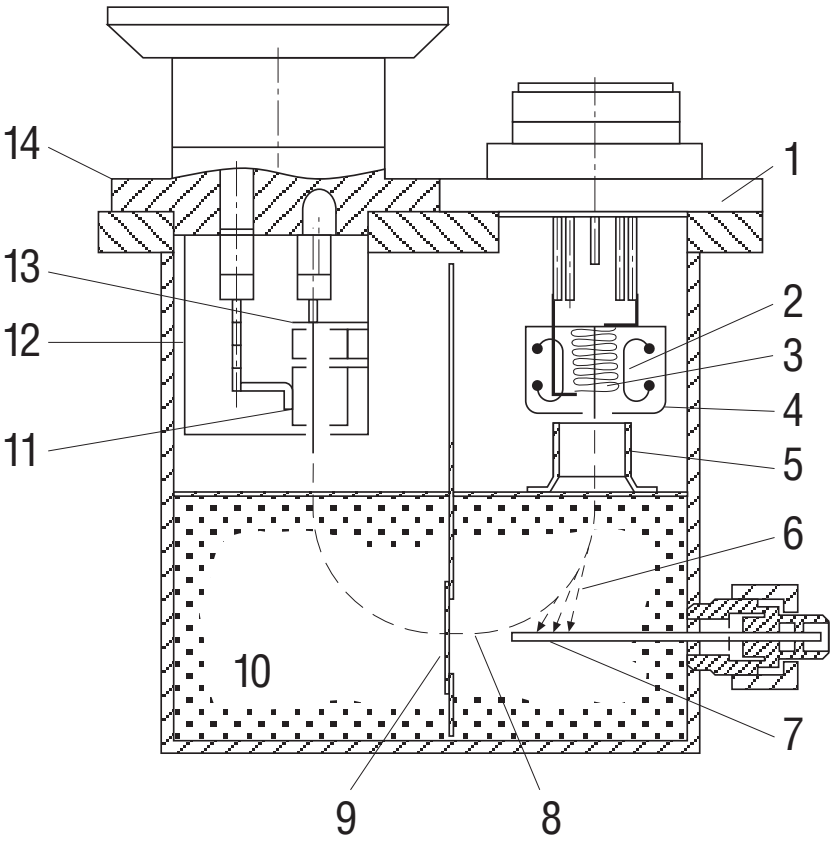
9.5.2.5 Helium-Leckdetektoren mit 180°-Sektorfeld-MS (L 200, UL 200 (dry), UL 500 (dry))

Diese Geräte sind die bei weitem empfindlichsten und auch sichersten Lecksuchgeräte. Unter „sicher“ wird hier verstanden, daß es keine Methode gibt, mit der man mit größerer Sicherheit und besserer Stabilität Undichtheiten finden und quantitativ messen kann. Aus diesem Grunde sind diese Helium-Leckdetektoren, selbst wenn der Anschaffungspreis relativ hoch ist, oft wesentlich wirtschaftlicher, weil für den eigentlichen Lecksuchvorgang erheblich weniger Zeit gebraucht wird.

Ein Helium-Leckdetektor besteht grundsätzlich aus zwei Baugruppen bei tragbaren Geräten und meist drei Baugruppen bei Standgeräten, und zwar aus

1. dem Massenspektrometer
2. dem Hochvakuumpumpsystem, und
3. bei Standgeräten dem Hilfs-Vorpumpsystem.

Das Massenspektrometer (siehe Abb. 9.13) besteht aus der Ionenquelle (1–4) und dem Ablenksystem (5–9). Der Ionenstrahl wird über die Blende (5) ausgeblendet und tritt mit einer bestimmten Energie in das Magnetfeld (8) ein. In dem Magnetfeld bewegen sich die Ionen auf kreisbogenförmigen Bahnen, wobei der Radius für kleine Massen kleiner ist, als der für große. Durch die richtige Einstellung der Beschleunigungsspannung beim **Justieren** erreicht man, daß die He-Ionen einen Kreisbogen mit dem gewünschten Krümmungsradius beschreiben und genau auf den Ionenfänger treffen. Für Masse 4 (Helium), passieren sie die Blende (9) und gelangen somit zum Ionenfänger (13). In manchen Geräten wird der Entladungsstrom für die auf die Totaldruckelektrode treffenden Ionen gemessen und als Totaldrucksignal ausgewertet. Ionen mit zu kleiner oder zu großer Masse dürften den Ionenfänger (13) gar nicht erreichen aber einem geringen Teil dieser Ionen ist das trotzdem möglich, entweder weil sie durch Stöße an neutralen Gasteilchen abgelenkt wurden oder weil ihre Anfangsenergie zu weit von der Sollenergie abweicht. Diese Ionen werden durch den Suppressor (11) aussortiert, so daß zum Ionenfänger (13) nur Ionen der Masse 4 (Helium) gelangen können. Die Elektronenenergie der Ionenquelle beträgt 80 eV. Sie ist damit so niedrig, daß höher ionisierte Teilchen mit der spezifischen Masse 4, wie z. B. mehrfach ionisierter Kohlenstoff oder vierfach ionisierter Sauerstoff, nicht entstehen können. Die Ionenquellen der Massenspektrometer sind einfach, robust und leicht auswechselbar. Sie werden während der Betriebes ständig geheizt und sind deshalb verschmutzungsunempfindlich. Die zwei umschaltbaren Iridium-Kathoden sind mit Yttriumoxid beschichtet und haben eine hohe Lebensdauer. Diese Kathoden sind gegen Lufteinbruch weitgehend unempfindlich, d. h. sie brennen zufolge einer sehr schnell wirkenden Schutzabschaltung auch bei einem Lufteinbruch nicht durch. Wohl aber tritt bei Glühkathoden, wie bei allen ausgeglühten Metallen, mit wachsender Brenndauer auch eine zunehmende Versprödung auf, die bei Erschütterungen zum Zersplittern der Kathode führen kann (Sprödbruch).



1 Ionenquellenflansch
2 Kathode (2 Kathoden Ir + Yt_2O_3)
3 Anode
4 Abschirmung der Ionenquelle mit Austrittsblende
5 Extraktor
6 Ionenbahnen für M > 4
7 Totaldruckelektrode
8 Ionenbahnen für M = 4
9 Zwischenblende
10 Magnetfeld (normal zur Zeichnung)
11 Suppressor
12 Abschirmung des Ionenfängers
13 Ionenfänger
14 Flansch für Ionenfänger mit Vorverstärker

Abb. 9.13
Aufbau des 180°-Sektorfeld- Massenspektrometers

Je nach der Art, wie das zu untersuchende Gas vom Prüfling dem Massenspektrometer zugeführt wird, unterscheidet man zwei Bauarten von Helium-Leckdetektoren:

9.5.2.6 Hauptstrom- und Gegenstrom-Leckdetektor

Abb. 9.14 zeigt die Vakuumschemata der beiden Leckdetektortypen. In beiden Fällen wird das Massenspektrometer von dem Hochvakuumpumpsystem bestehend aus Turbo-Molekularpumpe und Drehschieberpumpe evakuiert. Links das Schema eines Haupstrom-Leckdetektors: Die Zuführung des zu untersuchenden Gases zum Spektrometer erfolgt über eine Kühlfalle. Sie stellt eigentlich eine Kryopumpe dar, in der alle Dämpfe und andere Verunreinigungen kondensieren. (Früher war die Kühlfalle auch ein wirksamer Schutz gegen die Öldämpfe der damals verwendeten Diffusionspumpen). Das Hilfs-Vorpumpsystem dient zum Vorevakuieren der zu prüfenden Teile bzw. der Verbindungsleitung zwischen Leckdetektor und der zu prüfenden Anlage. Nach Erreichen des relativ niedrigen Einlaßdruckes (Pumpzeit!) wird für die Messung das Ventil zwischen Hilfspumpsystem und Kühlfalle geöffnet. Das in die Gleichung 9.4b eingehende S_{eff} ist das Saugvermögen der Turbo-Molekularpumpe am Ort der Ionenquelle:

$$Q_{He} = p_{He} \cdot S_{eff,\,Turbo\text{-}Molekularpumpe\text{-}Ionenquelle} \quad (9.5a)$$

Bei Haupstrom-Leckdetektoren kann eine Erhöhung der Empfindlichkeit durch Reduzierung des Saugvermögens beispielsweise durch Einbau einer Drosselstelle zwischen Turbo-Molekularpumpe und Kühlfalle erzielt werden. Davon wird zur Erzielung höchster Empfindlichkeit auch Gebrauch gemacht. Dazu als Beispiel:

Der kleinste nachweisbare Heliumpartialdruck betrage $p_{min,\,He} = 1 \cdot 10^{-12}$ mbar. Das Saugvermögen für Helium betrage $S_{He} = 10\,\ell/s$. Dann ist die kleinste nachweisbare Leckrate $Q_{min} = 1 \cdot 10^{-12}$ mbar $\cdot\,\ell/s \cdot 10 \cdot \ell/s = 1 \cdot 10^{-11}$ mbar $\cdot\,\ell/s$. Reduziert man nun das Saugvermögen auf 1/s, so erreicht man eine kleinste nachweisbare Leckrate von $1 \cdot 10^{-12}$ mbar $\cdot\,\ell/s$. Man muß aber bedenken, daß mit Erhöhung der Empfindlichkeit automatisch die Zeitkonstante für die Einstellung eines konstanten Prüfgasdrucks im Prüfling entsprechend größer wird (siehe 9.5.2.9).

Der rechte Teil der Abb. 9.14 zeigt das Schema des **Gegenstrom-Leckdetektors**: Massenspektrometer und Hochvakuumsystem und auch das Hilfs-Vorpumpsystem entsprechen genau der Hauptstrom-

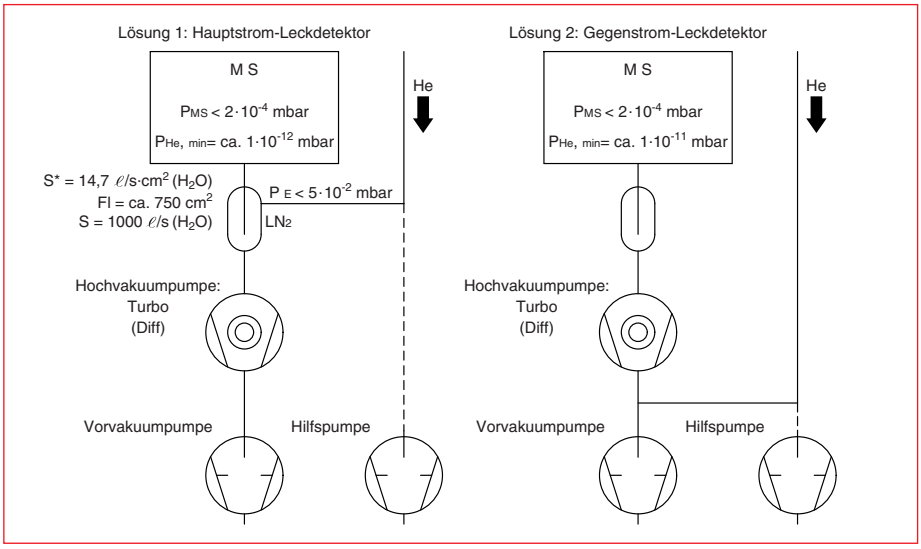


Abb. 9.14
Hauptstrom- und Gegenstromleckdetektor

anordnung, einzig die Zuführung des zu untersuchenden Gases geschieht an anderer Stelle, nämlich zwischen Vorvakuumpumpe und Turbo-Molekularpumpe. Helium, das nach Öffnen des Ventiles an diese Verzweigungsstelle gelangt, führt zu einer Erhöhung des He-Druckes in der Turbo-Molekularpumpe und im Massenspektrometer. Das in die Gleichung 9.4b eingehende Saugvermögen S_{eff} ist das Saugvermögen der Drehschieberpumpe am Ort der Verzweigung. Der dort herrschende He-Partialdruck wird, vermindert um den Kompressions-Faktor der Turbo-Molekularpumpe für Helium, im MS gemessen. Die Turbo-Molekularpumpe in Gegenstromleckdetektoren ist drehzahlgeregelt, so daß auch die Kompression der Pumpe konstant bleibt. Aus Gleichung (9.5a) wird (9.5b):

$$Q_{He} = p_{He} \cdot S_{eff} \cdot K \qquad (9.5b)$$

S_{eff} = effektives Saugvermögen der Drehschieberpumpe am Verzweigungspunkt
K = Kompression der Turbo-Molekularpumpe für Helium

Für die Vakuumautomatik der Gegenstromleckdetektoren ist es ein besonderer Vorteil, daß es einen eindeutig meßbaren Druck, nämlich den Vorvakuumdruck der Turbo-Molekularpumpe gibt, bei dem das Ventil geöffnet werden kann. Da die Turbo-Molekularpumpe für schwere Massen ein sehr großes Kompressionsvermögen (großes Saugvermögen) hat, können im Gegensatz zum leichten Prüfgas Helium (M = 4), schwere Moleküle das MS praktisch nicht erreichen. Die Turbo-Molekularpumpe ist so ein optimaler Schutz für das MS und macht eine LN_2-Kühlfalle überflüssig, was wohl der größte Vorteil für den Benutzer ist. Historisch sind Gegenstromleckdetektoren erst später entwickelt worden. Das hängt auch mit der über lange Zeit nicht ausreichenden Stabilität des Saugvermögens der verwendeten Drehschieberpumpen zusammen. Standgeräte beider LD-Typen haben eine eingebaute Hilfspume; bei tragbaren LD muß sie aus Gewichtsgründen nötigenfalls außen dazugestellt werden.

9.5.2.7 Teilstrombetrieb

Wenn die Größe des Rezipienten oder des Lecks es unmöglich machen oder zu lange Zeit erfordern, um den Prüfling auf den nötigen Einlaßdruck zu evakuieren, müssen zusätzliche Pumpen zu Hilfe genommen werden. Der He-Leckdetektor wird dann im sogenannten Teilstromverfahren betrieben. Das bedeutet, daß meist der größere Teil des aus dem Behälter abgepumpten Gases durch ein zusätzliches, geeignet dimensioniertes Pumpsystem abgepumpt wird, so daß nur mehr der kleinere Rest des Gasstromes in den He-Leckdetektor gelangt (siehe Abb. 9.15). Die Aufteilung des Gasstromes erfolgt nach den am Verzweigungspunkt herrschenden Saugvermögen. Es gilt dann:

$$Q_{Rezipient} = \gamma \cdot Anzeige_{Leckdetektor} \qquad (9.6)$$

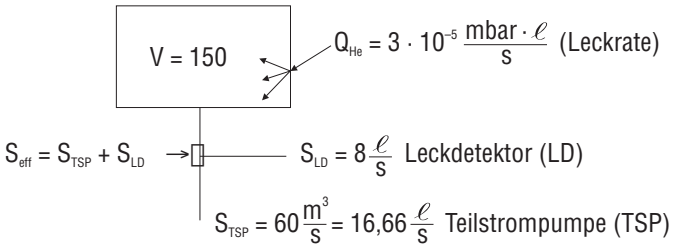
wobei γ als Teilstromverhältnis bezeichnet wird, also jener Bruchteil des Gesamtleckstromes, der im Detektor zur Anzeige kommt. Bei unbekanntem Teilstromverhältnis wird γ durch ein Prüfleck bestimmt, das am Rezipienten angebracht wird:

$$\gamma = \frac{\text{Anzeige des LD}}{Q_L \text{ des Prüflecks}} \qquad (9.7)$$

9.5.2.8 Anschluß an Vakuumanlagen

Der Anschluß eines Helium-Leckdetektors an Vakuumanlagen mit mehrstufigen Vakuumpumpsätzen erfolgt meist im Teilstromverfahren. Bei der Überlegung, wo der Anschluß am besten erfolgt, ist der Tatsache Rechnung zu tragen, daß es sich meist um kleine, tragbare Geräte handelt, die daher auch nur über ein kleines Saugvermögen am Anschlußflansch verfügen (häufig weniger als 1 ℓ/s). Um so wichtiger ist es, aus dem zu erwartenden Teilstromverhältnis z. B. gegenüber einer Diffusionspumpe mit einem Saugvermögen mit 12000 ℓ/s abzuschätzen, welche Leckraten überhaupt noch nachgewiesen

Teilstromprinzip (Beispiel)


V = 150
$Q_{He} = 3 \cdot 10^{-5} \frac{mbar \cdot \ell}{s}$ (Leckrate)
$S_{eff} = S_{TSP} + S_{LD}$
$S_{LD} = 8 \frac{\ell}{s}$ Leckdetektor (LD)
$S_{TSP} = 60 \frac{m^3}{s} = 16{,}66 \frac{\ell}{s}$ Teilstrompumpe (TSP)

A) Signalhöhe:
Aufteilung des Gasdurchflusses (auch des Testgases!) entsprechend der effektivem Saugvermögen am Teilstrom-Verzweigungspunkt

Gesamt-Saugvermögen: $S_{eff} = S_{LD} + S_{TSP} = 8 + 16{,}66 = 24{,}66 \frac{\ell}{s}$

γ ... Teilstromverhältnis

Signal zum Leckdetektor: $3 \cdot 10^{-5} \frac{mbar \cdot \ell}{s} \cdot \frac{8 \frac{\ell}{s}}{(8 + 16{,}66) \frac{\ell}{s}} = 9{,}73 \cdot 10^{-6} \frac{mbar \cdot \ell}{s}$

Signal zur Teilstrompumpe: $3 \cdot 10^{-5} \frac{mbar \cdot \ell}{s} \cdot \frac{16{,}66 \frac{\ell}{s}}{(8 + 16{,}66) \frac{\ell}{s}} = 2{,}02 \cdot 10^{-5} \frac{mbar \cdot \ell}{s}$

Kontrolle: Gesamt-Signal $Q_{He} = Q_{LD} + Q_{TSP}$ $= 3{,}00 \cdot 10^{-5} \frac{mbar \cdot \ell}{s}$

Teilstromverhältnis = Bruchteil des Gesamtstromes zum Leckdetektor

$$\gamma = \frac{Q_{LD}}{Q_{He}} = \frac{Q_{LD}}{Q_{LD} + Q_{TSP}} = \frac{1}{1 + \frac{Q_{TSP}}{Q_{LD}}}$$

oder $\gamma = \frac{S_{LD}}{S_{LD} + S_{TSP}} = \frac{1}{1 + \frac{S_{TSP}}{S_{LD}}}$

$Q_{LD} = \gamma \cdot Q_{He}$ (Anzeige | Leckrate)

B) Ansprechzeit: $t_{95\%} = 3 \cdot \frac{V}{S_{eff}} = 3 \cdot \frac{150\ \ell}{24{,}66 \frac{\ell}{s}} = 18{,}25$ s

Abschätzung: Werte für S, V und γ unsicher → genau: kalibrieren mit Testleck

Abb. 9.15
Teilstromprinzip

werden können. Am sichersten kann der Anschluß des Leckdetektors zwischen Drehschieber- und Wälzkolbenpume oder zwischen Wälzkolben- und Hochvakuumpumpe erfolgen. Falls der Druck dort größer als der zulässige Einlaßdruck des Leckdetektors ist, muß der Leckdetektor über ein Dosierventil angeschlossen werden. Naturgemäß ist man aber an das Vorhandensein eines geeigneten Anschlußflansches gebunden. Darüber hinaus ist zu empfehlen, an dieser Stelle von vornherein ein Ventil anzubringen, so daß im Bedarfsfall der Leckdetektor (bei laufender Anlage) rasch angekoppelt und nach Öffnen des Ventils direkt mit der Lecksuche begonnen werden kann. Um ein irrtümliches Öffnen dieses Ventiles zu vermeiden, sollte es bei normalem Betrieb der Vakuumanlage mit einem Blindflansch verschlossen sein.

Eine zweite Methode der Ankopplung an größere Anlagen, die beispielsweise bei der Turbinenentlüftung von Kraftwerksblocks erfolgreich eingesetzt wird, ist die Ankopplung am Auspuff. In den atmosphärenseitigen Auspuff der Anlage wird ein Schnüffelgerät eingebracht. Man erschnüffelt dann sozusagen die Zunahme der Konzentration von Helium im Auspuff. Ohne dichte Ankopplung an den Auspuff ist die Nachweisgrenze dieser Anwendung auf 5 ppm, den natürlichen Heliumgehalt der Luft, begrenzt. In Kraftwerken ist es ausreichend, die Schnüffelspitze etwa unter 45° schräg von oben in die üblicherweise senkrecht nach oben führende Auspuffleitung der (Wasserring-) Pumpe zu halten.

9.5.2.9 Zeitkonstante

Die Zeitkonstante eines Vakuumsystemes ist gegeben durch

$$\tau = \frac{V}{S_{eff}} \qquad (9.8)$$

τ . . . Zeitkonstante
V . . . Volumen des Behälters
S_{eff} . . effektiv am Behälter wirkendes Saugvermögen

Abb. 9.16 zeigt den Signalverlauf nach Ansprühen eines Lecks in einem Prüfling der mit einem Leckdetektor verbunden ist für drei verschiedene Anordnungen:

1. Mitte: Der Prüfling mit Volumen V ist direkt mit dem Leckdetektor LD (effektives Saugvermögen S) verbunden.
2. Links: Zusätzlich zu 1 ist eine Teilstrompumpe mit gleichem effektiven Saugvermögen S' = S an den Prüfling angeschlossen.
3. Rechts: Wie 1, jedoch wird S auf 0,5 · S gedrosselt.

Die drei entsprechenden Kurven sind darunter dargestellt.

Kurve 1: Nach einer „Totzeit" bis zu einem erkennbaren Signal wächst das dem He-Partialdruck proportionale Signal bis zur vollen Größe $p_{He} = Q/S_{eff}$ nach der Gleichung 9.9

$$p_{He} = \frac{Q}{S_{eff}} \cdot \left(1 - e^{\frac{-t}{\tau}}\right) \qquad (9.9)$$

Das Signal erreicht nach

t = 1 τ . . 63,3 % t = 2 τ . . 86,5 %
t = 3 τ . . 95,0 % t = 4 τ . . 98,2 %
t = 5 τ . . 99,3 % t = 6 τ . . 99,8 %

seines Endwertes. Üblicherweise wird die Zeitspanne für Erreichen von 95 % des Endwertes als **Ansprechzeit** bezeichnet.

Kurve 2: Durch die Installation der Teilstrompumpe wird sowohl die Zeitkonstante, als auch die Signalhöhe um den Faktor 2 verkleinert; also schnellerer Anstieg, aber auch nur halb so großes Signal. Eine kleine Zeitkonstante bedeutet schnelle Änderung und damit schnelle Anzeige und damit wiederum kurze Lecksuchzeit.

Kurve 3: Die Drosselung des Saugvermögens auf 0,5·S hingegen, vergrößert sowohl Zeitkonstante, als auch Signalhöhe um den Faktor 2. Ein großes τ vergrößert also den zeitlichen Aufwand entsprechend. Eine große Empfindlichkeit, erzeugt durch eine Reduzierung des Saugvermögens ist immer gleichbedeutend mit einem größeren zeitlichen Aufwand und damit keineswegs immer von Vorteil.

Eine Abschätzung der Gesamtzeitkonstante von mehreren hintereinander liegenden Volumina mit den zugehörigen Pumpen kann in erster Näherung durch Addition der Einzelzeitkonstanten erfolgen.

9.6 Grenzwerte / Spezifikationen des Leckdetektors

1. Die **kleinste nachweisbare Leckrate**.
2. Das **effektive Saugvermögen am Prüfanschluß**.
3. Der **maximal zulässige Druck im Prüfling** (auch maximal zulässiger Einlaßdruck). Dieser Druck p_{max} liegt bei LD's mit klassischen TMP's bei etwa 10^{-1} und bei LD's mit Compound-TMP's bei 2 ... 10 mbar. Das Produkt aus diesem maximal zulässigen Arbeitsdruck und dem Saugvermögen S des Pumpsystems am Prüfanschluß des Detektors

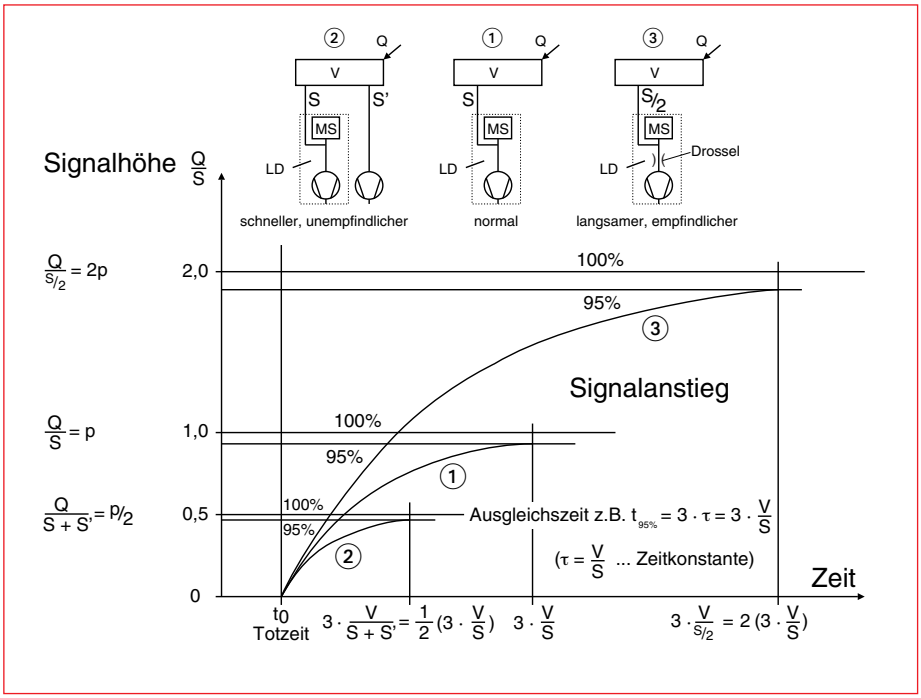


Abb. 9.16
Signalverhalten und Saugvermögen

ist die **maximal zulässige Durchflußleistung**

$$Q_{max} = p_{max} \cdot S_{eff,\ Anschluß} \qquad (9.10)$$

Diese Gleichung zeigt, daß es keineswegs von Vorteil ist, eine hohe Empfindlichkeit durch ein gedrosseltes Saugvermögen zu erreichen. Sonst wird die maximal zulässige Durchflußleistung zu klein. Das Gerät ist nicht funktionsfähig, wenn entweder durch ein großes oder durch mehrere kleine Lecks mehr Gas als die maximal zulässige Durchflußleistung des Leckdetektors einströmt.

9.7 Lecksuchtechniken mit Helium-Leckdetektoren

9.7.1 Sprühtechnik (Lokale Dichtheitsprüfung)

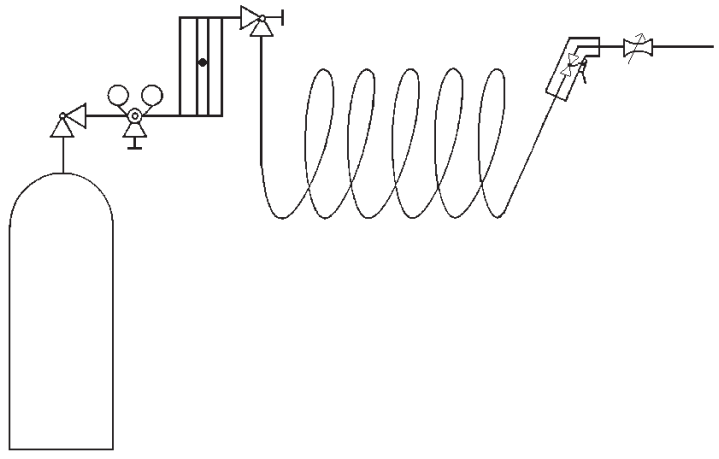
Der mit dem He-Leckdetektor verbundene Prüfling wird mit einem sehr feinen Heliumstrahl aus der Sprühpistole an leckverdächtigen Stellen (Schweißnähten, Flanschverbindungen, Anschmelzungen) langsam abgetastet, wobei die Zeitkonstante des Systems nach Gleichung 9.8 zu beachten ist (siehe Abb. 9.16). Die Sprühmenge muß der nachzuweisenden Leckrate und der Größe und Zugänglichkeit des zu prüfenden Objektes angepaßt sein. Obwohl Helium leichter als Luft ist und sich daher an der Decke des Raumes ansammeln sollte, wird es durch Zugluft und Verwirbelung bei Bewegungen im Raum so gut verteilt, daß man bei der Lecksuche nicht davon ausgehen kann, daß sich das Helium hauptsächlich (oder nur) an der Decke des Raumes befindet. Trotzdem empfiehlt es sich vor allem bei größeren Teilen mit der Lecksuche oben zu beginnen.

Um beim Öffnen des Sprühventiles einen Helium-Schwall, der die ganze Umgebung mit Helium verseucht, zu vermeiden, empfiehlt sich unmittelbar vor oder nach der Sprühpistole eine Drossel zum Einstellen der Heliummenge anzubringen (siehe Abb. 9.17). Die richtige Menge wird am einfachsten durch Eintauchen der Sprühöffnung in ein Wassergefäß anhand der aufsteigenden Bläschen eingestellt. Für die benötigten kleinen Durchfußmenge sind zwar Schwebekörperdurchflußmesser erhältlich, aber eigentlich zu teuer. Außerdem kann mit dem Wassergefäß jederzeit leicht überprüft werden, ob noch Helium ausströmt.

Mit Helium-Leckdetektoren kann auch der Heliumgehalt der Luft nachgewiesen werden, wenn durch große Lecks so viel Luft in den Rezipienten eindringt, daß der 5 ppm Heliumanteil der Luft für den Nachweis ausreicht. Die Leckrate ist dann:

$$\frac{\text{Anzeige (reines He)}}{1} = \frac{\text{Anzeige (Luft He)}}{5 \cdot 10^{-6}}$$

$$Q_L \text{ Anzeige (reines He)} = 2 \cdot 10^5 \text{ Anzeige (Luft He)} \qquad (9.11)$$



Vermeiden des »Helium-Schluckes« bei Öffnen des »Pistolen-Ventils«
a) Drosselschlauch oder
b) Einstellbares Drosselventil vor der Sprühspitze
Mindest-Heliummenge für richtige Anzeige: Verändern der Drosseleinstellung darf die Anzeige nicht beeinflussen
Diese Mindestmenge ist *immer* viel kleiner als man ohne Durchflußmesser einstellen würde (z.B. ins Ohr oder auf die feuchten Lippen blasen).
Einfachste Kontrolle ohne Durchflußmesser: Blubber-Test mit einem Glas Wasser

Abb. 9.17
Heliumsprüheinrichtung

9.7.2 Schnüffeltechnik (Lokale Dichtheitsprüfung nach der Überdruckmethode)

Hierbei werden die leckverdächtigen Stellen des unter Prüfgasüberdruck stehenden Prüflings (siehe Abb. 9.4d) mittels eines Prüfgasschnüfflers, der über eine Leitung mit dem Lecksuchgerät verbunden ist, sorgsam abgetastet. Mit den Heliumleckdetektoren von LEYBOLD kann Helium oder auch Wasserstoff geschnüffelt werden. Die Empfindlichkeit der Methode und die Genauigkeit der Lokalisierung undichter Stellen hängen von der Art des verwendeten Schnüfflers und von der Ansprechzeit des angeschlossenen Lecksuchgerätes ab. Außerdem von der Geschwindigkeit, mit welcher der Schnüffler an Leckstellen vorbei bewegt wird und vom Abstand Schnüfflerspitze-Oberfläche des Prüflings. Die große Anzahl der eingehenden Parameter erschwert die quantitative Bestimmung der Leckraten. Mit Schnüffelverfahren lassen sich, fast unabhängig von der Gasart, Leckraten von etwa 10^{-7} mbar $\cdot \ell$/s nachweisen. Die Begrenzung der Empfindlichkeit bei dem Nachweis von Helium ist in erster Linie durch den Heliumgehalt der atmosphärischen Luft gegeben (siehe Abschnitt 13, Tabelle 8). Für Quantitative Messungen muß der Leckdetektor mit Schnüffeleinheit kalibriert werden. Dabei gehen der Abstand vom Prüfling und die Abtastgeschwindigkeit in die Kalibrierung ein.

9.7.3 Hüllentest (integrale Dichtheitsprüfung)

Hüllentests sind integrale Dichtheitsprüfungen mit Helium als Prüfgas, bei denen der Prüfling entweder mit einer festen, meist metallischen Hülle oder mit einer leichten Plastikhülle umgeben wird. Das durch die Undichtheiten des Prüflings je nach Prüfmethode ein- oder austretende Helium wird einem Helium Lecksuchgerät zugeführt und von diesem angezeigt. Hüllentests werden mit dem Prüfling unter Heliumüberdruck (Abb. 9.4c) oder mit evakuiertem Prüfling (Abb. 9.4a) durchgeführt. In beiden Fällen muß eventuell die Umrechnung der Heliumanreicherung (Akkumulation) auf He-Std. Leckrate erfolgen.

9.7.3.1 Hüllentest mit Helium-Überdruck im Prüfling

a) Hüllentest mit Konzentrationsmessung und anschließender Leckratenberechnung

Zur Bestimmung der Gesamtundichtheit eines Prüflings unter Helium-Überdruck wird dieser mit einer Hülle umgeben, die entweder massiv oder eine Plastikhülle sein kann. Das durch Lecks austretende Prüfgas reichert sich in der Hülle an, so daß die Helium-Konzentration in der Hülle ansteigt. Nach einer festzusetzenden Anreicherungszeit (Standzeit) wird mit einem an das Helium-Lecksuchgerät angeschlossenen Schnüffler die Konzentrationsänderung in der Hülle gemessen. Nach Kalibrieren der Prüfanordnung mit einer Prüfkonzentration, z. B. mit atmosphärischer Luft, kann die Gesamtleckrate (integrale Leckrate) berechnet werden. Diese Methode erlaubt den Nachweis kleinster Gesamtundichtheiten und ist besonders für die automatisierte Industrie-Dichtheitsprüfung geeignet. Durch die Akkumulation wird die Begrenzung der normalen Schnüffeltechnik zu niedrigen Leckraten hin verschoben und die Umgebungsbedingungen wie Temperatur, Luftströmung und Schnüffelgeschwindigkeit verlieren an Einfluß. Bei Verwendung von Plastikhüllen muß bei langen Anreicherungszeiten die He-Permeation durch die Plastikhülle beachtet werden.

b) Direkte Messung der Leckrate mit dem LD (massive Hülle)

Bei Einbau des unter Helium-Überdruck stehenden Prüflings in eine feste Vakuumkammer, die mit einem Helium-Leckdetektor verbunden ist, kann die integrale Leckrate direkt am LD abgelesen werden.

9.7.3.2 Hüllen-Test mit Prüfling unter Vakuum

a) Hülle = „Plastikzelt“

Der evakuierte Prüfling wird mit einer leichten (Plastik-) Hülle umgeben und diese möglichst nach Entfernen der atmosphärischen Luft mit Helium gefüllt. Bei Verwendung von Plastiktüten als Hüllen sollte vor dem Füllen der Tüte mit Helium diese an den Prüfling angedrückt werden um die Luft möglichst herauszudrücken und die Messung mit möglichst reinem Helium zu machen. Die gesamte äußere Oberfläche des Prüflings hat Kontakt mit dem Prüfgas. Dringt Prüfgas durch Lecks in den Prüfling ein, wird unabhängig von der Anzahl der Lecks die integrale Leckrate angezeigt. Weiterhin muß bei wiederholter Prüfung in geschlossenen Räumen beachtet werden, daß der Heliumgehalt des Raumes nach Entfernen der Hülle recht schnell ansteigt. Die Verwendung von Plastiktüten ist also eher für „Einmalprüfungen“ von großen Anlagen geeignet. Die verwendete Plastikhülle wird auch oft als „Zelt“ bezeichnet.

b) Massive Hülle

Die Verwendung von massiven Rezipienten als feste Hüllen hingegen ist besser für die Serienprüfung geeignet, wenn eine integrale Prüfung zu machen ist. Bei massiven Hüllen kann auch das Helium nach erfolgter Prüfung wieder rückgewonnen werden.

9.7.4 „Bombing“-Test, „Drucklagerung“

Der „Bombing -Test“ dient zur Prüfung der Dichtheit solcher Bauteile, die bereits hermetisch verschlossen sind und einen gasgefüllten, inneren Hohlraum aufweisen. Die zu prüfenden Teile (z. B. Transistoren, IC-Gehäuse, Schutzgasrelais, Reed-Kontakte, Schwingquarze, Laserdioden u. a.) werden in ein Druckgefäß gegeben, das mit Helium gefüllt wird. Bei relativ hohem Prüfgasdruck (5 bis 10 bar) und einer Standzeit von einigen Stunden wird im Innern von undichten Prüflingen eine Prüfgasanreicherung mit Helium erreicht. Dieser Vorgang ist das eigentliche „Bombing“. Zur Dichtheitsprüfung werden die Prüflinge nach dem „Bombing“ in eine Vakuumkammer gebracht und, wie beim Vakuum-Hüllentest beschrieben, auf ihre Gesamtleckrate geprüft. Prüflinge mit Groblecks verlieren allerdings beim Evakuieren der Vakuumkammer auf den erforderlichen Prüfdruck bereits ihre Prüfgaskonzentration, so daß sie bei der eigentlichen Dichtheitsprüfung mit dem Leckdetektor nicht als undicht erkannt werden. Der Dichtheitsprüfung in der Vakuumkammer muß deshalb eine andere Prüfung zur Erfassung sehr großer Lecks vorausgehen.

9.8 Industrielle Dichtheitsprüfung

Die industrielle Dichtheitsprüfung mit Helium als Prüfgas ist vor allem dadurch gekennzeichnet, daß die Dichtheitsprüfeinrichtungen voll in den Fertigungsfluß eingegliedert sind. Konzeption und Aufbau derartiger Prüfeinrichtungen richten sich naturgemäß nach der jeweils zu erfüllenden Aufgabe (z. B. Dichtheitsprüfung von Autofelgen aus Aluminium oder Dichtheitsprüfung von Metallfässern), wobei nach Möglichkeit serienmäßig hergestellte, standardisierte Baugruppen verwendet werden. Die zu prüfenden Teile werden über ein Fördersystem der Dichtheits-Prüfanlage zugeführt (Hüllentest mit fester Hülle und Überdruck (9.7.3.1 b) oder Unterdruck (9.7.3.2 b) im Prüfling), dort einzeln nach der integralen Methode geprüft und automatisch abgeführt. Als undicht erkannte Prüflinge werden seitlich ausgliedert.

Die Vorteile der He-Prüfmethode vom industriellen Standpunkt gesehen lassen sich wie folgt zusammenfassen:

- Die mit diesem Verfahren nachweisbaren Grenzleckraten gehen weit über die praktischen Anforderungen hinaus.
- Der integrale Lecktest, also die summierte Leckrate aller Einzellecks, erlaubt auch den Nachweis mikrofeiner und schwammartig verteilter Lecks, die in ihrer Summe zu ähnlichen Leckverlusten führen wie ein größeres Einzelleck.
- Prüfverfahren und Prüfablauf sind voll automatisierbar.
- Durch die taktmäßige, automatisch ablaufende Prüfsystemkontrolle (Eigenüberwachung) des Gerätes ist eine hohe Prüfsicherheit gewährleistet.
- Helium ist ungiftig und ungefährlich (es sind keine MAK-Werte zu beachten).
- Die Prüfung kann mit Ergebnis und Parametern leicht durch Drucker dokumentiert werden.

Der Einsatz der Helium-Prüfmethode führt zu einem erheblichen Rationalisierungsgewinn (Taktzeiten im Sekundenbereich!) und zu einer beträchtlichen Steigerung der Prüfsicherheit. Als Folge davon und wegen der DIN/ISO 9000 Anforderungen werden althergebrachte industrielle Prüfmethoden (Wasserbad, Seifenblasentest u. a.) nunmehr weitgehend aufgegeben.

10 Beschichtungsmeß- und Regelgeräte mit Schwingquarzen

10.1 Einführung

Von der Beschichtung von Quarzkristallen zu ihrer Frequenz-Feinabstimmng, die schon länger praktiziert wird, bis zur Ausnutzung der Frequenzänderung zur Bestimmung der Massenbelegung als Mikrowaage mit der heute möglichen Präzision hat es lange gedauert. 1880 entdeckten die Brüder J. und P. Curie den piezoelektrischen Effekt: An Quarzkristallen treten bei mechanischen Beanspruchungen auf bestimmten Kristallflächen elektrische Ladungen auf, deren Ursache im asymmetrischen Kristallaufbau des SiO_2 liegt. Umgekehrt treten bei einem Piezokristall in einem elektrischen Feld Deformationen bzw. in einem Wechselfeld mechanische Schwingungen auf. Man unterscheidet Biegeschwingungen, Flächen-Scherschwingungen und Dicken-Scherschwingungen. Je nach Orientierung der Schnittfläche zum Kristallgitter werden eine Reihe verschiedener Schnitte unterschieden, von denen in Beschichtungsmeßgeräten nur der sogenannrte AT-Schnitt mit einem Schnittwinkel von 35°10" Verwendung findet, weil bei diesem Schnitt im Bereich zwischen 0 und 50 °C eine sehr geringe Temperaturabhängigkeit der Frequenz auftritt (siehe Abb. 10.1). Dementsprechend muß versucht werden, diesen Temperaturbereich während der Beschichtung nicht zu überschreiten (Wasserkühlung des Quarzhalters).

Da es trotz ausgefeilter Technik noch immer das Problem der „Quarzkapazität" gibt (das ist die maximal mögliche Beschichtungsdicke des Quarzes, bei der er noch sicher schwingt), existieren eine Reihe von Ansätzen diese Kapazität zu vergrößern:

1. Die Verwendung von mehreren Kristallen hintereinander in einem Mehrfachquarzhalter mit automatischem Wechsel und Datenfortschreibung bei drohendem Ausfall eines Quarzes: **CrystalSix**
2. Die **RateWatcher** Funktion, bei der der Quarz alternierend, für kurze Zeit dem Beschichtungsstrahl ausgesetzt wird, bis alle Messungen und die Regelung erfolgt sind und dann für eine längere Zeitspanne durch einen „Shutter" abgedeckt bleibt.

Der Auswahl des „richtigen" Quarzhalters spielt also bei allen Messungen mit Schwingquarzen eine wichtige Rolle. Für unterschiedliche Anwendungen sind verschiedene Quarzhalter-Ausführungen zu empfehlen: Mit oder ohne Shutter, für UHV ausheizbar, Doppel- oder Sechsfach-Quarzhalter, sowie besondere Ausführungen für Sputter-Anwendungen. Neben diesen wichtigen, eher „mechanischen" Dingen sollen im folgenden die Meß- und Regeltechnischen Fortschritte und Geräteeigenschaften besprochen werden.

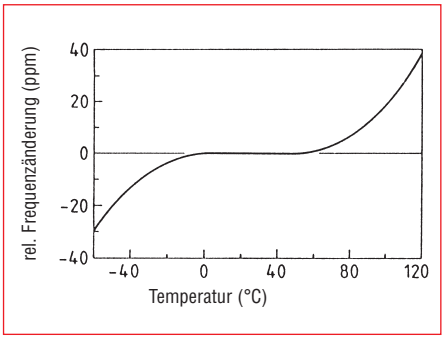


Abb. 10.1
Temperaturabhängigkeit der Eigenfrequenz beim AT-Schnitt

10.2 Grundlagen der Schichtdickenmessung mit Schwingquarzen

Das Schwingquarz-Schichtdickenmeßgerät nützt die piezoelektrische Empfindlichkeit eines Schwingquarzes (Monitor-Kristalles) auf zugeführte Masse aus. Diese Eigenschaft wird benutzt, um bei einer Vakuumbeschichtung die Beschichtungsrate und die Enddicke zu kontrollieren.

Bei bestimmten diskreten Frequenzen der angelegten Spannung tritt eine sehr scharfe elektromechanische Resonanz auf. Wird die Oberfläche des in Resonanz schwingenden Quarzkristalles mit Masse belegt, so verkleinert sich diese Resonanzfrequenz. Diese Frequenzverschiebung ist sehr reproduzierbar und wird heute für verschiedene Schwingungs-Modi des Quarzes genau verstanden. Diese heuristisch leicht verständliche Erscheinung ist heute ein unverzichtbares Meß- und Prozeßleit-Werkzeug, mit dem leicht eine Beschichtungs-Zunahme von weniger als einer Atomlage nachgewiesen werden kann.

In den späten 50er Jahren fanden Sauerbrey und Lostis, daß die Frequenzverschiebung bei einer Beschichtung des Quarzkristalles mit der Massenänderung durch das Beschichtungsmaterial wie folgt zusammenhängt:

$$\frac{M_f}{M_q} = \frac{\Delta F}{F_q} \text{ oder } M_f = M_q \cdot \frac{\Delta F}{F_q} \text{ mit} \qquad (10.1)$$

M_f ... Masse der Beschichtung
M_q ... Masse des Quarzes vor Beschichtung
F_q ... Frequenz vor Beschichtung
F_c ... Frequenz nach Beschichtung
$\Delta F = F_f - F_c$ ... Frequenzverschiebung durch die Beschichtung

wird nun für $M_f = (M_c - M_q) = D_f \cdot \rho_f \cdot A$ und für $M_q = D_q \cdot \rho_q \cdot A$ eingesetzt, wobei T = Schichtdicke, ρ = Dichte und A Fläche bedeutet und die Indices q für den Zustand „unbeschichteter Quarz" und c für den Zustand nach „Frequenzverschiebung durch Beschichtung (coating)" stehen, ergibt sich für die Schichtdicke:

$$D_f = \frac{F_q}{F_q} \cdot D_q \cdot \rho_q \cdot \frac{\Delta F}{F_q \cdot \rho_f} = K \cdot \frac{\Delta F}{\rho_f} \quad \text{mit}$$

$$K = \frac{D_q \cdot F_q \cdot \rho_q}{F_q^2} = \frac{N_{AT} \cdot \rho_q}{F_q^2} \quad \text{worin}$$

$N = F_q \cdot D_q$ die Frequenzkonstante (für den AT-Schnitt N_{AT} = 166100 Hz·cm) und ρ_q = 2,649 g/cm³ die Dichte des Quarzes ist. Die Schichtdicke ist also proportional der Frequenzverschiebung ΔF und umgekehrt proportional der Dichte ρ_f des Schichtmaterials. Die Gleichung

$$D_f = K \cdot \frac{\Delta F}{\rho_f} \qquad (10.2)$$

für die Schichtdicke wurde in den aller ersten Schichtdickenmeßgeräten mit „Frequenzmessung" verwendet. Nach dieser Gleichung zeigt ein Kristall mit einer Startfrequenz von 6,0 MHz nach der Belegung mit 1Å Aluminium (d =2,77g/cm³) einen Rückgang seiner Frequenz um 2,27 Hz. Auf diese Weise kann das Aufwachsen einer festen Beschichtung durch Bedampfen oder Sputtern durch eine genaue Messung der Frequenzverschiebung des Kristalls verfolgt werden. Erst die Kenntnis des quantitativen Zusammenhanges dieses Effektes erlaubte die genaue Bestimmung der Materialmenge, die im Vakuum auf einem Substrat niedergeschlagen wird. Vorher war dies praktisch nicht möglich.

10.3 Die Form der Schwingquarzkristalle

Unabhängig davon wie ausgeklügelt die elektronische Umgebung ist, bleibt der grundlegende Teil für die Beschichtungsmessung der Monitor-Quarzkristall. Die ursprüngliche Form der Monitor-Quarze war quadratisch. Abb. 10.4 zeigt das Resonanzspektrum eines Quarzresonators, der heute verwendeten Form (Abb. 10.3). Die niedrigste Resonanzfrequenz ist zunächst durch eine Dicken-Scherschwingung gegeben, die Fundamental- oder Grundschwingung genannt wird. Die charakteristischen Bewegungen der Dicken-Scherschwingung sind parallel zu den Hauptkristallbegrenzungsflächen. Mit anderen Worten: die Oberflächen sind Verschiebungs-Antiknoten, siehe Abb. 10.2. Die geringfügig über der Grundfrequenz liegenden Resonanzfrequenzen werden „Anharmonische“ genannt und sind eine Kombination von Dicken-Scher- und Dicken-Dreh-Schwingungsformen. Die Resonanzfrequenz bei dem etwa dreifachen Wert der Grundschwingung wird „Quasiharmonische“ genannt. In der Nähe der Quasiharmonischen gibt es, mit geringfügig größerer Frequenz, auch noch eine Reihe von Anharmonischen.

Die Form der heute verwendeten Monitorkristalle (siehe Abb. 10.3) zeigt eine Reihe signifikanter Verbesserungen gegenüber den ursprünglichen quadratischen Kristallen. Die erste Verbesserung war die Verwendung von runden Kristallen. Die vergrößerte Symmetrie hat die Zahl der möglichen Schwingungsmodi stark reduziert. Eine zweite Gruppe von Verbesserungen war, eine der Oberflächen mit einer Kontur zu versehen und die Anregungselektrode

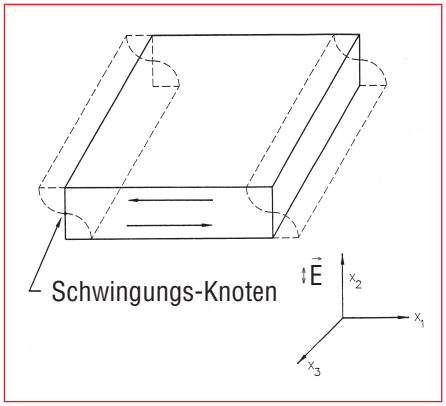


Abb. 10.2
Dicken-Scherschwingungen

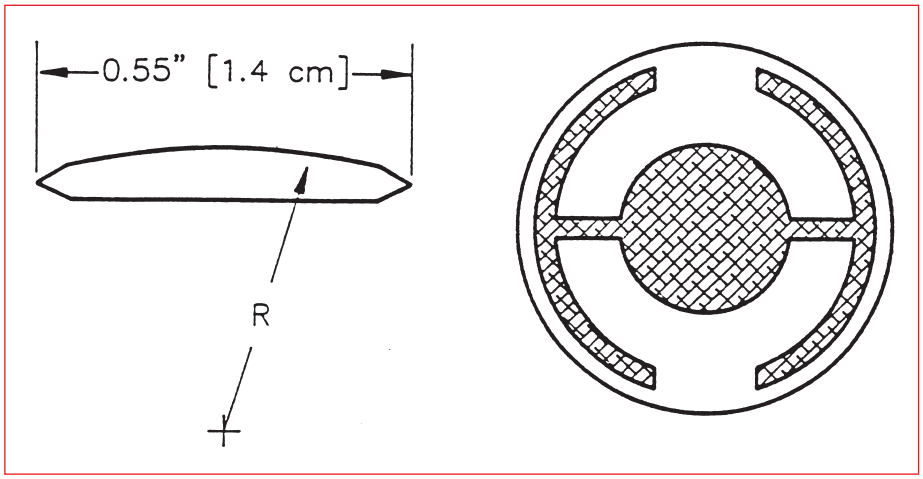


Abb. 10.3
Form der Quarzkristalle von INFICON

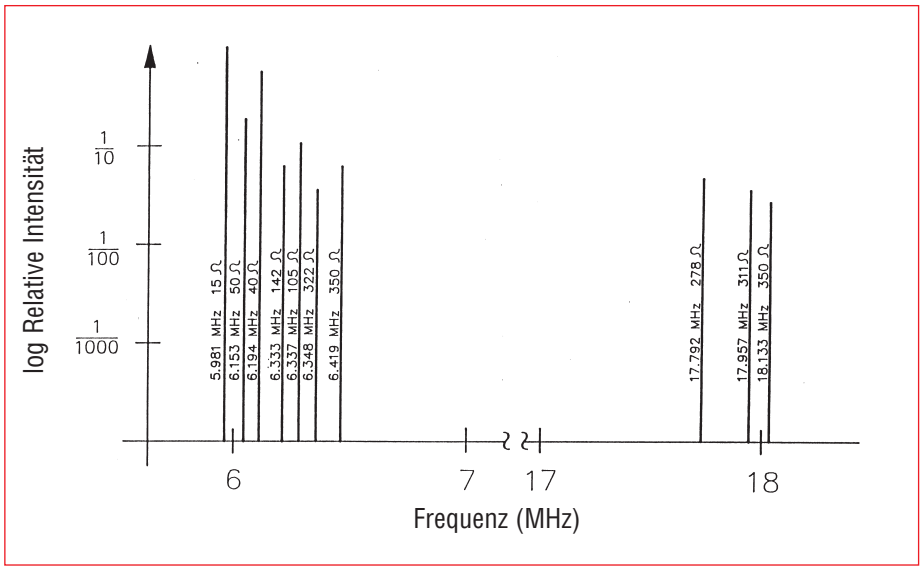


Abb. 10.4
Frequenz-Resonanz-Spektrum

zu verkleinern. Beides zusammen hat zur Folge, daß die akustische Energie festgehalten wird. Die Verkleinerung des Elektrodendurchmessers begrenzt die Anregung auf die mittlere Fläche. Die Oberflächenkontur verbraucht die Energie der wandernden akustischen Wellen ehe sie den Kristallrand erreichen. Sie wird nicht ins Zentrum reflektiert, wo sie mit neu ankommenden Wellen interferieren könnte.

Tatsächlich benimmt sich ein derartiger kleiner Kristall wie ein unendlich ausgedehnter Kristall. Wenn aber die Kristall-Vibrationen auf das Zentrum beschränkt bleiben, kann man den äußeren Rand an einen Kristallhalter klammern, ohne unerwünschte Nebeneffekte zu erzeugen. Außerdem reduziert das Konturieren die Stärke der Resonanz von unerwünschten Anharmonischen. Dadurch wird die Möglichkeit des Resonators, diese Schwingungen aufrecht zu erhalten, stark eingeschränkt.

Die Benutzung einer Haftschicht hat die Haftung der Quarzelektrode verbessert. Auch die bei steigendem Filmstress (Spannungen) auftretenden, durch kleinste Risse in der Schicht (sogenannte „micro-tears“) verursachten Ratensprünge („rate-spikes“) wurden vermindert. An diesen Mikro-Rissen bleibt Schichtmaterial ohne Haftung und kann deshalb nicht mehr mitschwingen. Diese freien Areale werden nicht erfaßt und demzufolge wird eine falsche Dicke angezeigt.

Abb. 10.4 zeigt das Frequenzverhalten eines entsprechend Abb. 10.3 geformten

Quarzkristalles. Die Ordinate repräsentiert die Größe (Amplitude) der Schwingung oder auch den Strom, der durch den Kristall fließt, in Abhängigkeit von der Frequenz auf der Abszisse.

Üblicherweise wird für die Schichtdickenmessung ein AT-Schnitt gewählt, weil man durch die Wahl des Schnittwinkels erreichen kann, daß seine Frequenz bei Raumtemperatur einen sehr kleinen Temperaturkoeffizienten hat.

Da man Frequenzverschiebungen zufolge

- Beschichtung: Frequenzverkleinerung = negativer Einfluß
- Temperaturänderung: negativer oder positiver Einfluß
- Temperaturgradienten auf dem Kristall, positiv oder negativ
- durch die Beschichtung verursachte Spannungen

nicht unterscheiden kann, ist es wichtig den Temperatureinfluß zu minimieren. Nur so kann man kleine Massenunterschiede messen.

10.4 Die Periodenmessung

Obwohl die nach Gleichung 10.2 arbeitenden Geräte sehr nützlich waren, erkannte man bald, daß für die gewünschte Genauigkeit ihr Anwendungsbereich typischer Weise auf $\Delta F < 0{,}02 \cdot F_q$ begrenzt war. Schon bei einer relativen Frequenzänderung $(F_q - F_c)/F_q < 2\%$ traten auch bei der Schichtdickenmessung Fehler von etwa 2% auf, so daß die für die Beschichtung „nutzbare Lebensdauer“ eines 6 MHz Monitorkristalles bei 120 kHz lag.

Im Jahre 1961 erkannte Behrndt folgenden Zusammenhang:

$$\frac{M_f}{M_q} = \frac{(T_c - T_q)}{T_q} = \frac{\Delta F}{F_c} \quad \text{mit} \quad (10.3)$$

$T_c = 1/F_c$ ... Schwingungsperiode, beschichtet
$T_q = 1/F_q$ ... Schwingungsperiode, unbeschichtet

Das war der Beginn der Periodenmessung.

Die Periodenmessung (Messung der Schwingungsdauern) war das Ergebnis der Einführung von digitaler Zeitmessung und der Entdeckung der Proportionalität von Kristalldicke D_q und Schwingungsdauer T_q. Die notwendige Präzision der Dickenbestimmung erlaubt eine Anwendung von Gleichung 10.3 immerhin bis etwa $\Delta F < 0{,}05\ F_q$.

Praktisch wird bei der Periodenmessung ein zweiter Kristalloszillator als Referenzoszillator benützt, der nicht beschichtet wird und üblicherweise mit einer viel höheren Frequenz schwingt als der Monitorkristall. Der Referenzoszillator erzeugt kleine Präszisionszeitintervalle mit denen die Schwingungsdauer des Monitorkristalles bestimmt wird. Das geschieht durch zwei Impulszähler: Der erste zählt eine fixe Anzahl von Monitorschwingungen m. Der zweite wird gleichzeitig mit dem ersten gestartet und zählt die Schwingungen des Referenzkristalles während m Schwingungen des Monitorkristalles. Weil die Referenzfrequenz F_r bekannt und stabil ist, kann die Zeit für m Monitorschwingungen auf $\pm\ 2 / F_r$ genau bestimmt werden. Die Monitorschwingungsperiode ist dann

$$\frac{n}{F_r \cdot m}$$

wobei n die Anzeige im Referenzzähler ist. Die Genauigkeit der Messung wird durch die Frequenz des Referenzoszillators und die Länge der Zählzeit bestimmt, die durch die Größe von m festgelegt wird.

Für kleine Beschichtungsraten, kleine Dichten des Beschichtungsmaterials und für schnelle Messungen (die kurze Zählzeiten erfordern) ist es wichtig, einen Referenzoszillator mit hoher Frequenz zu haben. Das alles erfordert eine hohe Zeitpräzision um die kleinen, beschichtungsbedingten Frequenzverschiebungen auflösen zu können. Wenn die Frequenzverschiebung des Monitorkristalls zwischen zwei Messungen in die Größenordnung der Frequenzmeßgenauigkeit absinkt, wird eine gute Ratenregelung unmöglich (Ratenregelung: Regelung der Energiezufuhr zur Beschichtungsquelle so, daß ein vorgegebener Schichtdickenzuwachs pro Zeiteinheit eingehalten wird). Die größere Meßunsicherheit verursacht dann mehr Rauschen in der Regelschleife, dem nur durch längere Zeitkonstanten entgegen gewirkt werden kann. Das wiederum macht die Korrekturen durch die Regelabweichung langsam, so daß es relativ lange Abweichungen von der erwünschten Rate gibt. Für einfache Schichten mag das unwichtig sein, aber bei kritischen Schichten, wie bei optischen Filtern oder langsam wachsenden, sehr dünnen Einkristallschichten kann es unverzeihliche Fehler verursachen. In vielen Fällen gehen die gewünschten Eigenschaften solcher Schichten verloren, wenn die Ratenabweichungen mehr als ein oder zwei Prozent betragen. Schließlich bestimmen Frequenz und Stabilität des Referenzoszillators die Präzision der Messung.

10.5 Die Z-Match Technik

Miller und Bolef (1968) haben das System Schwingquarz und Beschichtung als einen eindimensionalen, zusammenhängenden akustischen Resonator behandelt. Daraus haben Lu und Lewis (1972) die vereinfachte Z-Match Gleichung entwickelt. Gleichzeitige Fortschritte in der Elektronik, vor allem der Mikroprozessor machten es möglich, die Z-Match Gleichung in „real-time“ zu lösen. Die meisten, heute verkauften Beschichtungsprozeß-Steuergeräte verwenden diese anspruchsvolle Gleichung, welche die akustischen Eigenschaften des Systems Schwingquarz – Schicht berücksichtigt:

$$T_f = \left(\frac{N_{AT} \cdot d_q}{\pi \cdot d_f \cdot F_c \cdot Z}\right) \cdot \operatorname{arctg}\left(Z \cdot \operatorname{tg}\left[\frac{\pi \cdot (F_q - F_c)}{F_q}\right]\right) \quad (10.4)$$

mit

$$Z = \frac{\sqrt{d_q \cdot U_q}}{d_f \cdot U_f} \quad \text{akustisches Impedanzverhältnis}$$

U_q = Schermodul, Quarz
U_f = Schermodul, Film

Das ergab erst die grundlegende Erkenntnis der Umrechnung von Frequenzverschiebung in Dicke, die korrekte Ergebnisse in einem für die Prozeßkontrolle praktikablen Zeitrahmen ermöglichte. Um dieses gehobene Genauigkeitsniveau zu erreichen, muß der Benutzer nur einen zusätzlichen Materialprarameter Z_f für das Schichtmaterial eingeben. Die Gültigkeit der Gleichung wurde für viele Materialien bestätigt und sie gilt für Frequenzverschiebungen bis $\Delta F < 0{,}4\ F_q$! Beachte Gleichung 10.2 galt nur bis $\Delta F < 0.02\ F_q$ bzw. Gleichung 10.3 nur bis $\Delta F < 0{,}05\ F_q$.

Schichtdickenmessung / -Regelung

10.6 Der aktive Oszillator

Alle bisher entwickelten Geräte basieren auf der Benutzung eines aktiven Oszillators wie er in Abb. 10.5 schematisch gezeigt wird. Diese Schaltung hält den Kristall aktiv in Resonanz, so daß jede Art von Schwingungsdauer- oder Frequenzmessung gemacht werden kann. In diesem Schaltungstyp wird die Schwingung solange aufrechterhalten, wie durch die Verstärker genügend Energie zur Verfügung gestellt wird, um die Verluste im Kristall Schwingkreis auszugleichen und der Kristall die nötige Phasenverschiebung mitmachen kann. Die Grundstabilität des Kristalloszillators entsteht durch die plötzliche Phasenänderung, die schon bei einer kleinen Änderung der Kristallfrequenz in der Nähe des Serien-Resonanzpunktes auftritt, siehe Abb. 10.6

Normalerweise ist die Oszillatorschaltung so ausgelegt, daß vom Kristall eine Phasenverschiebung um 0 Grad verlangt wird, wodurch bei dem Serien-Resonanzpunkt gearbeitet werden kann. Lang- und Kurzzeit Frequenzstabilität sind Eigenschaften der Kristalloszillatoren, weil sehr kleine Frequenzunterschiede benötigt werden um die für die Schwingung nötige Phasenverschiebung aufrecht zu erhalten. Die Frequenzstabilität wird durch den Quarzkristall sichergestellt, auch wenn es Langzeitverschiebungen in den elektrischen Werten gibt, die durch Temperatur, Alterung oder durch Kurzzeitrauschen verursachtes „phase jitter“ verursacht werden. Wenn Masse auf den Kristall aufgebracht wird, ändern sich seine elektrischen Eigenschaften.

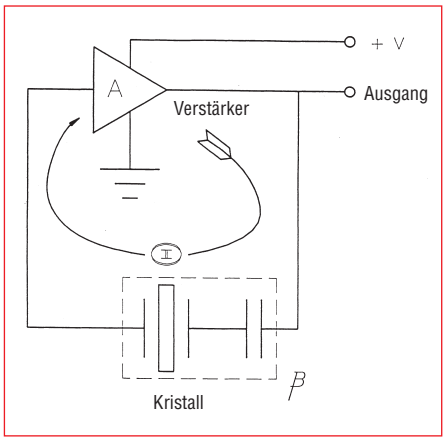


Abb. 10.5
Schaltung des aktiven Oszillators

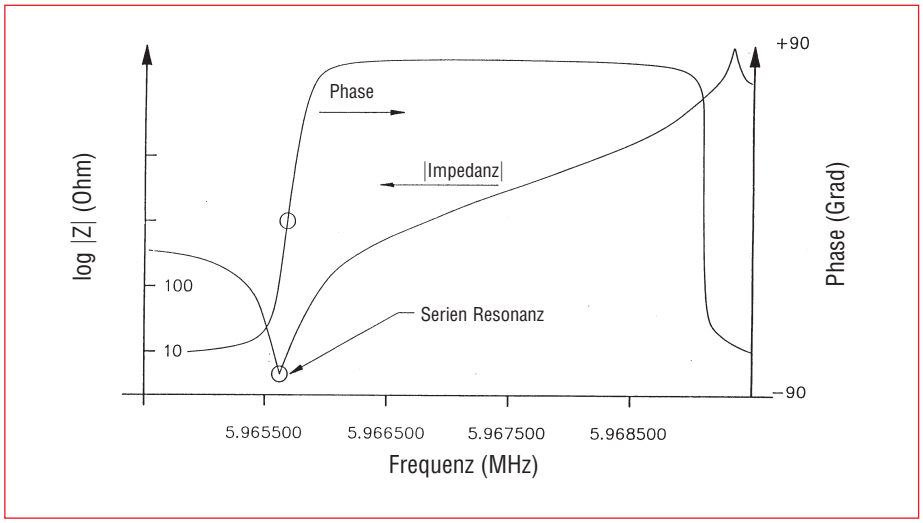


Abb. 10.6
Kristall-Frequenzen nahe des Serienresonanzpunktes

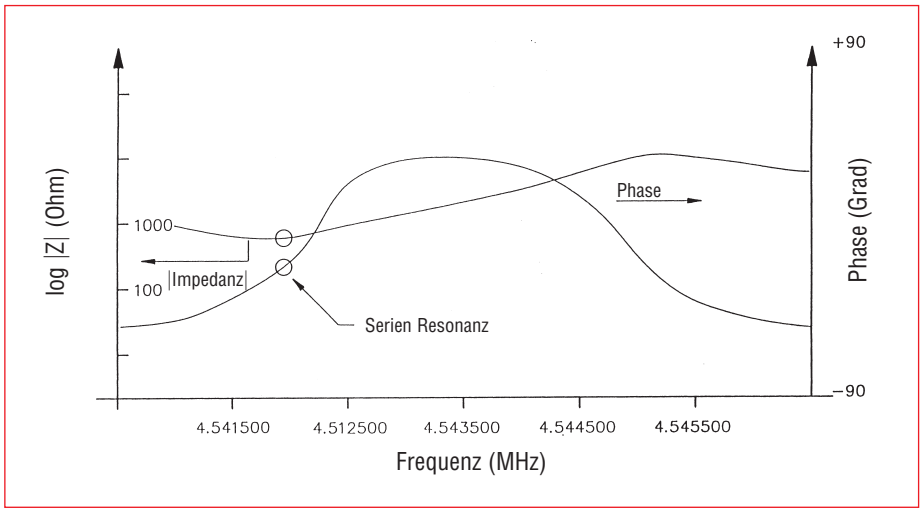


Abb. 10.7
Schwingungen eines stark belegten Kristalles

Abb. 10.7 zeigt die gleiche Darstellung wie Abb. 10.6 jedoch für einen stark belegten Kristall. Er hat den steilen Anstieg – wie in Abb. 10.6 gezeigt – verloren. Weil der Phasenanstieg weniger steil ist, führt jedes Rauschen in der Oszillatorschaltung zu einer größeren Frequenzverschiebung, als dies bei einem neuen Kristall der Fall wäre. Im Extremfall ist die ursprüngliche Phasen/Frequenz Kurvenform nicht mehr erhalten; der Kristall ist nicht in der Lage eine volle 90° Phasenverschiebung zu vollziehen.

Die Impedanz |Z| kann zu sehr hohen Werten anwachsen. Passiert dies, so bevorzugt der Oszillator in Resonanz mit einer anharmonischen Frequenz zu schwingen. Manchmal ist diese Bedingung nur kurzfristig erfüllt und die Oszillatorschwingung springt zwischen Grund- und Anharmonischer Schwingung hin und her oder es bleibt bei einer Anharmonischen Schwingung. Das ist als „mode hopping“ bekannt. Zusätzlich zum entstehenden Rauschen des Ratensignals kann das wegen des auftretenden Phasensprunges auch zum falschen Beenden einer Beschichtung führen. Dabei ist wichtig, daß der Regler unter diesen Bedingungen häufig trotzdem weiterarbeitet. Ob dies passiert ist, kann man nur daran erkennen, daß die Schichtdicke plötzlich deutlich kleiner ist und zwar um den Betrag der Frequenzdifferenz zwischen der Grundschwingung und der Anharmonischen, welche die Schwingung übernommen hat.

10.7 Der Mode-Lock Oszillator

INFICON hat eine neue Technologie entwickelt, welche diese Einschränkungen des aktiven Oszillators überwindet. Das neue System erkundet dauernd die Antwort des Kristalls auf eine angelegte Frequenz: nicht nur um die (Serien-) Resonanzfrequenz zu bestimmen sondern auch um sicherzustellen, daß der Quarz im gewünschten Modus schwingt. Das neue System ist vor allem unempfindlich gegen „mode hopping“ und die dadurch verursachten Ungenauigkeiten. Es ist schnell und genau. Die Kristallfrequenz wird 10 mal je Sekunde auf weniger als 0,005 Hz genau bestimmt.

Die Fähigkeit des Systemes einen bestimmten Modus zunächst zu identifizieren und dann zu messen, eröffnet neue Möglichkeiten, durch die Vorteile zusätzlichen Informationsgehaltes dieser Modi. Dieses neue, „intelligente“ Meßgerät nutzt die Phasen/Frequenz-Eigenschaften des Quarzkristalls um die Resonanzfrequenz zu bestimmen. Es arbeitet durch Anlegen einer synthetisierten Sinuswelle bestimmter Frequenz an den Kristall und Messung der Phasendifferenz zwischen angelegter Signalspannung und dem Strom durch den Kristall. Bei Serienresonanz ist diese Differenz genau Null Grad; dann benimmt sich der Kristall wie ein Ohm'scher Widerstand. Durch Trennen der angelegten Spannung und des Stromes, der vom Kristall zurückkommt, kann mit einem Phasenkomparator festgestellt werden, ob die angelegte Frequenz höher oder tiefer als der Kristall Resonanz Punkt ist. Bei Frequenzen unterhalb der Grundschwingung ist die Kristall-Impedanz kapazitiv, bei Frequenzen oberhalb der Resonanz ist sie induktiv. Diese Information ist nützlich, wenn die Resonanzfrequenz eines Kristalles unbekannt ist. Es wird ein kurzer „frequenz-sweep“ gemacht, bis der Phasenkomparator umschlägt und so die Resonanz markiert. Für AT-Quarze wissen wir, daß die niederste in Frage kommende Frequenz die Grundschwingung ist. Geringfügig darüber liegen die anharmonischen. Diese Information ist nicht nur für den Beginn wichtig, sondern auch für den seltenen Fall, daß das Instrument die „Spur“ der Grundschwingung verliert. Wenn das Frequenz-Spektrum des Kristalls einmal festgestellt ist, ist es Aufgabe des Instrumentes der Verschiebung der Resonanzfrequenz zu folgen, laufend Frequenz-Messungen zu machen und diese anschließend in Dicke umzurechnen.

Die Benutzung des „intelligenten“ Meßsystems hat im Vergleich mit der früheren Generation der aktiven Oszillatoren eine Reihe augenscheinlicher Vorteile. Hauptsächlich Unempfindlichkeit gegen „mode hopping“ sowie Geschwindigkeit und Genauigkeit der Messung. Die Technik erlaubt aber auch die Einführung anspruchsvoller Eigenschaften, an die mit einem aktiven Oszillatoraufbau nicht einmal gedacht werden konnte. Die selbe Vorrichtung, die es der neuen Technologie erlaubt mit einem sweep die Grundschwingung zu identifizieren kann auch benützt werden, um andere Schwingungsmodi zu identifizieren, wie zum Beispiel die Anharmonischen oder die Quasiharmonischen. Das Gerät hat nicht nur die Vorrichtung, um fortlaufend der Grundschwingung zu folgen, sondern es kann auch eingesetzt werden, um zwischen zwei oder mehr Modi hin und her zu springen. Diese Abfrage von verschiedenen Modi kann für zwei Modi mit 10 Hz an dem selben Kristall geschehen.

10.8 Auto-Z Match Technik

Der einzige Pferdefuß bei Benutzung von Gleichung 10.4 ist, daß die akustische Impedanz bekannt sein muß. Es gibt eine Reihe von Fällen, wo wegen unvollständiger oder beschränkter Kenntnis der Materialkonstanten des Beschichtungsmaterials ein Kompromiß mit der Genauigkeit gemacht werden muß:

1) Oft weichen die Z-Werte des massiven Materials von denen einer Beschichtung ab. Dünne Schichten sind besonders in einer Sputter-Umgebung sehr empfindlich gegenüber den Prozeßparametern. Demzufolge sind die vorhandenen Werte für massives Material nicht ausreichend.
2) Für viele exotische Stoffe einschließlich der Legierungen ist der Z-Wert nicht bekannt und auch nicht leicht zu bestimmen.
3) Immer wieder ist es notwendig, eine genaue Schichtdickenmessung bei Vielfachschichten mit demselben Kristallsensor zu machen. Das gilt insbesondere für optische Vielfach- und Halbleiterschichten mit hohen Temperaturkoeffizienten T_K . Aber der wirksame Z-Wert der Mischung von Vielfachschichten ist unbekannt.

Deshalb ist in einem solchen Fall die einzige Möglichkeit einen Z-Wert von 1 anzunehmen, d.h. die Realität bei der Wellenfortpflanzung in Mehrstoffsystemen zu ignorieren. Diese falsche Voraussetzung verursacht Fehler in den Vorhersagen von Dicke und Rate. Die Größe des Fehlers hängt dabei von der Schichtdicke und der Größe der Abweichung des tatsächlichen Z-Wertes von 1 ab.

Im Jahr 1989 erfand A. Wajid den **„Mode-lock“**-Oszillator. Er vermutete einen Zusammenhang zwischen der Fundamentalschwingung und einer der Anharmonischen, ähnlich wie der, den Benes zwischen der Fundamentalschwingung und der dritten quasiharmonischen Schwingung festgestellt hat. Die Frequenzen der Fundamentalen und der Anharmonischen sind sehr ähnlich, sie lösen das Problem der Kapazität von langen Kabeln. Die nötigen Überlegungen um den Zusammenhang herzustellen fand er in Arbeiten von Wilson 1954, sowie Tiersten und Smythe 1979.

Die Kontur des Kristalles, also die sphärische Form der einen Seite hat den Effekt die einzelnen Modi weiter voneinander zu trennen und den Energietransfer von einem zum anderen Modus zu verhindern. Für die Identifizierung ist es üblich, die Fundamentalschwingung mit (100) die niederste anharmonische Frequenz mit (102) und die nächsthöhere Anharmonische mit (120) zu bezeichnen. Die drei Indizes der Mode-Nomenklatur beziehen sich auf die Anzahl der Phasenumkehrungen in der Wellenbewegung entlang der drei Kristallachsen. Die oben erwähnten Arbeiten von Wilson und von Tiersten und Smythe überprüfen die Eigenschaften der Modi indem sie den Einfluß des Radius des Schnittes auf die Lage der Anharmonischen in Bezug Fundamentalschwingung untersuchen.

Wenn eine Seite des Quarzes mit Material beschichtet wird, wird das Spektrum der Resonanzen zu niederen Frequenzen verschoben. Es wurde beobachtet, daß die drei oben erwähnten Modi eine etwas unterschiedliche Massenempfindlichkeit haben

und daher auch etwas andere Frequenzverschiebungen erfahren. Und dieser Unterschied wird benutzt um den Z-Wert des Materials zu bestimmen. Wenn man die Gleichungen für die einzelnen Modi benützt und Frequenzen für den (100) und den (102) Modus beobachtet, kann man das Verhältnis der zwei elastischen Konstanten C_{60} und C_{55} berechnen. Diese beiden elastischen Konstanten beziehen sich auf die Scherbewegung. Das wichtige Element in Wajids Theorie ist die folgende Gleichung

$$\frac{(C_{55}/C_{66})_{\text{beschichtet}}}{(C_{55}/C_{66})_{\text{unbeschichtet}}} \approx \frac{1}{(1+M\cdot Z)} \qquad (10.5)$$

mit

M ... Flächenmassen-Dichteverhältnis
(Verhältnis von Schichtmasse
zu Quarzmasse pro Flächeneinheit)
Z ... Z-Wert

Es ist ein glücklicher Zufall, daß das Produkt M · Z auch in der Lu-Lewis Gleichung (Gleichung 10.4) vorkommt. Sie kann dazu benutzt werden, um aus den folgenden Gleichungen eine Abschätzung des effektiven Z-Wertes zu gewinnen:

$$\operatorname{tg}\left(M\cdot Z\cdot\pi\cdot\frac{F_c}{F_q}\right)+Z\cdot\operatorname{tg}\left(\pi\cdot\frac{F_c}{F_q}\right)=0 \qquad (10.6)$$

$$\text{oder}\quad Z=-\frac{\operatorname{tg}\left(M\cdot Z\cdot\pi\cdot\frac{F_c}{F_q}\right)}{\operatorname{tg}\left(\pi\cdot\frac{F_c}{F_q}\right)} \qquad (10.7)$$

Hier sind F_q und F_c die Frequenzen des unbedampften bzw. bedampften Quarzes im (100) Modus der Grundschwingung. Wegen der Mehrdeutigkeit der benützten mathematischen Funktionen ist der auf diese Weise errechnete Z-Wert nicht immer eine positiv definierte Größe. Das hat kaum irgendwelche Konsequenzen, weil M auf andere Weise durch die Abschätzung von Z und die Messung der Frequenzverschiebung bestimmt wird. Daher werden Dicke und Rate der Beschichtung nacheinander aus dem bekannten M berechnet.

Man muß sich der Grenzen dieser Technik bewußt sein. Da die Abschätzung von Z von Frequenzverschiebungen zweier Modi abhängt, wird jede geringfügige Verschiebung aufgrund großer mechanischer oder thermischer Spannungen zu Fehlern führen. Es ist unnötig zu erwähnen, daß unter solchen Umständen auch die Z-Match-Technik zu ähnlichen Fehlern führt. Trotzdem ist die automatische Z-Wert-Bestimmung der Z-Match Technik etwas sicherer gegen das Auftreten von Fehlern, weil die Amplitudenverteilung des (102) Modus über die aktive Kristallfläche asymmetrisch und die des (100) Modus symmetrisch ist.

Nach unseren Erfahrungen haben schichtbedingte Spannungen den ungünstigsten Einfluß auf den Kristall. Dieser Effekt ist bei der Anwesenheit von Gas besonders ausgeprägt, zum Beispiel in Sputterprozessen oder reaktiven Aufdampf- oder Sputterprozessen. Wenn der Z-Wert für massives Material bekannt ist, ist es besser, diesen zu verwenden, als die automatische Bestimmung der „Auto-Z-Ratio“ zu machen. In Fällen von Parallelbeschichtung und Schichtfolgen aber ist die automatische Z-Bestimmung deutlich besser.

10.9 Schichtdickenregelung

Als letzter Punkt soll die Theorie der Regelschleife für Schichtdicken Meßgeräte zum Erzielen eines Schichtwachstums mit kontrollierter (gleichbleibender) Wachstumsgeschwindigkeit behandelt werden. Die meßtechnischen Vorteile von Geräten wie Geschwindigkeit, Präzision und Verläßlichkeit wären unvollkommen genutzt, wenn man diese Informationen nicht in eine verbesserte Prozeßkontrolle einbringen würde. Für einen Beschichtungsprozeß heißt das, die Beschichtungsrate soll so nahe und stabil wie möglich von einem Sollwert gehalten werden. Der Zweck der Regelschleife ist es, den Informationsfluß des Meßsystems zu nutzen um die Leistung für eine spezielle Verdampfungsquelle in einer für diese angepassten Weise zu regeln. Bei richtiger Funktion übersetzt der Regler kleine Abweichungen des geregelten Parameters (der Rate) vom Sollwert in Korrekturwerte des nachgeregelten Parameters Verdampferleistung. Die Fähigkeit des Reglers schnell und genau zu messen verhindert, daß der Prozeß sich weit vom Sollwert entfernt.

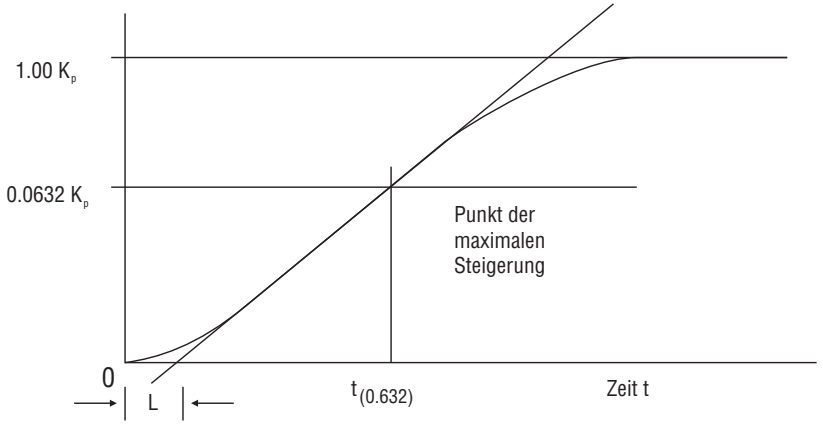
Die meist verwendete Reglertype ist der PID-Regler. Dabei steht **P** für proportionale, **I** für integrale und **D** für differentielle Regelfunktion. Im folgenden werden einige Eigenschaften dieses Reglers näher besprochen. Auskunft über das Systemverhalten bekommt man durch eine Sprungantwort auf eine Regelstörung bei bestimmten Reglereinstellungen. Diese Antwort wird registriert und dann werden daraus verbesserte Regelparameter für einen neuerlichen Test abgeschätzt. Das wird solange fortgeführt, bis ein zufriedenstellendes Ergebnis vorliegt. Am Ende ist der Regler optimiert, so daß seine Parameter genau zur Charakteristik der Verdampferquelle passen.

Es ist ziemlich langwierig und frustrierend, einen Regler auf eine Verdampfungsquelle einzustellen, die mehrere Minuten zur Stabilisierung braucht und es kann Stunden dauern, bis man zufriedenstellende Ergebnisse erzielt. Oft passen die für eine bestimmte Rate ausgewählten Parameter dann nicht zu einer veränderten Rate. Also sollte sich ein Regler idealerweise selbst einstellen und die neuen Regler in Beschichtungsmeßgeräten von INFICON tun dies auch. Am Anfang des Aufbaues und Anschlusses mißt das Gerät auf Veranlassung des Bedieners die Charakteristik der Verdampfungsquelle. Dabei wird entweder für langsame Quellen ein PID-Regler oder für schnelle Quellen ohne nennenswerte Totzeit ein anderes Reglermodell zugrunde gelegt.

In der Literatur werden drei verschiedene Arten, Regler einzustellen unterschieden. Je nach dem welche Daten für die Einstellung benützt werden, unterscheidet man die Methode der geschlossenen Regelschleife, der offenen Regelschleife und der Resonanz-Antwort.

Wegen der Einfachheit mit der die experimentellen Daten gewonnen werden können, wurde von uns die Methode der offenen Regelschleife bevorzugt. Außerdem erlaubt die Anwendung dieser Technik eine weitgehende Eliminierung des Herausfindens der Parameter durch probieren („trial and error“-Methode).

Die Auto-Control-Tune Funktion von INFICON charakterisiert einen Prozeß auf Grund seiner Sprungantworten. Nach einer stufenweisen Veränderung der Leistung werden die resultierenden Veränderungen der Rate als Funktion der Zeit geglättet und gespeichert. Die wichtigen Sprungantworten werden bestimmt, siehe Abb. 10.8.



$T_1 = t_{(0.632)} - L$

K_p = (Änderung des Ausgangssignals)/(Änderung des Regelsignals)

Abb. 10.8
Prozeßantwort auf eine Stufenänderung bei t = 0 (offene Regelschleife, Regelsignal verstärkt)

Im Allgemeinen ist es nicht möglich alle Prozesse exakt zu charakterisieren, daher müssen einige Näherungen gemacht werden. Normalerweise wird die Annahme zu Grunde gelegt, daß die dynamische Charakteristik durch einen Prozeß erster Ordnung plus einer Totzeit wiedergegeben werden kann. Die Laplace-Transformation für diese Annahme (Übertragung in die s-Ebene) ist angenähert:

$$\frac{\text{Ausgangsgröße}}{\text{Eingangsgröße}} = \frac{K_p \cdot 10^{\frac{-L}{s}}}{\tau \cdot s + 1} \quad \text{mit} \quad (10.8)$$

K_p = Verstärkung im stationären Zustand
L = Totzeit
τ = Zeitkonstante

Diese drei Parameter werden durch die Reaktionskurve des Prozesses bestimmt. Es wurde mit einigen Methoden versucht, die benötigten Parameter der Systemantwort aus Kurven zu ermitteln, wie sie in Abb. 10.8 dargestellt sind. Dies ergibt eine 1-Punkt Übereinstimmung bei 63,2% des Überganges (eine Zeitkonstante), eine exponentielle Übereinstimmung an zwei Punkten und eine nach der Methode der kleinsten Quadrate gewichtete exponentielle Übereinstimmung. Durch diese Information ist ein Prozeß ausreichend charakterisiert, damit der Regleralgorithmus einsetzen kann. Die Gleichung 10.9 zeigt die Laplace-Transformation für den besonders oft verwendeten PID-Regler:

$$M(s) = K_c \cdot \left(1 + \frac{S}{T_i} + T_d \cdot S\right) \cdot E(s) \quad (10.9)$$

mit

M(s) = geregelte Variable oder Leistung
K_c = Regelverstärkung (der proportionale Term)
T_i = Integrationszeit
T_d = Differentiationszeit
E(s) = Prozeß – Abweichung

Abb. 10.9 zeigt den Regelalgorithmus und einen Prozeß mit einer Phasenverschiebung erster Ordnung und einer Totzeit. Die Dynamik der Meßeinrichtung und der Regelelemente (in unserem Fall die Verdampfer und die Stromversorgung) sind implizit im Prozeßblock enthalten. R(s) repräsentiert den Raten-Sollwert. Der Rückführungsmechanismus ist die entstandene Abweichung zwischen gemessener Niederschlagsrate C(s) und dem Raten-Sollwert R(s).

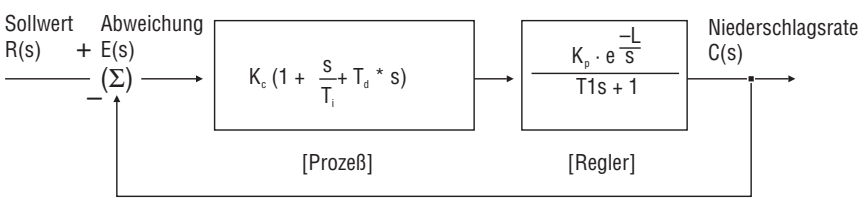


Abb. 10.9
Blockdiagramm des PID-Reglers

Der Schlüssel zur Nutzung jedes Regelsystems ist die richtigen Werte für K_c, T_d und T_i auszuwählen. Die „optimale Regelung" ist ein etwas subjektiver Begriff, was durch das Vorhandensein verschiedener mathematischer Definitionen deutlich wird:

Üblicherweise wird das kleinste Fehlerquadrat ISE (Integal Square Error) als Maß für die Güte des Regelung verwendet:

$$ISE = \int e^2(t) \cdot dt \quad (10.10)$$

Darin ist e der Fehler (die Abweichung): e = Raten-Sollwert minus gemessene Rate. ISE ist relativ unempfindlich auf kleine Abweichungen, aber große Abweichungen tragen stark zum Wert des Integrals bei. Das Ergebnis sind kleine „Überschwinger", aber lange Abklingzeiten, weil kleine spät auftretende Abweichungen wenig zum Integral beitragen.

Auch das Integral des Absolutwertes der Abweichung IAE (Integral Absolute Error) wurde als Maß für die Regelgüte vorgeschlagen:

$$IAE = \int |e(t)| \cdot dt \quad (10.11)$$

Dieses ist empfindlicher für kleine Abweichungen, aber weniger empfindlich für große Abweichungen als ISE.

Graham und Lanthrop haben das Integral über die Zeit, multipliziert mit dem absoluten Fehler ITAE (Integral Time Absoltute Error) als Maß für die Regelgüte eingeführt:

$$ITAE = \int t \cdot |e(t)| \cdot dt \quad (10.12)$$

Das ITAE ist empfindlich auf Anfangs- und gewissermaßen unvermeidliche Abweichungen. Durch ITAE definierte optimale Regelantworten zeigen folglich kurze Antwortzeiten und größere „Überschwinger"

als bei den beiden anderen Kriterien. Es hat sich aber gezeigt, daß für die Beurteilung der Regelung von Beschichtungsprozessen ITAE besonders nützlich ist.

Auto Control Tune von INFICON basiert auf Messungen der Systemantwort mit offener Schleife. Ausgehend von einer Stufenänderung des Regelsignals wird die Charakteristik der Systemantwort berechnet. Ihre experimentelle Bestimmung erfolgt durch zwei Arten von Kurvenübereinstimmung in zwei Punkten. Das erfolgt entweder schnell mit einer willkürlichen Rate oder genauer mit einer Rate in der Nähe des gewünschten Sollwertes. Da die Prozeßantwort von der Position (Stelle) des Systems (in unserem Falle der Schichtwachstumsrate) abhängt, wird sie am besten in der Nähe des gewünschten Arbeitspunktes gemessen. Die so gemessenen Prozeßinformationen (Porzeßverstärkung K_p , Zeitkonstante T_1 und Totzeit L) werden verwendet, um die am besten passenden PID-Regelparameter zu generieren.

Die besten Ergebnisse bei der Beurteilung von Beschichtungsregelgeräten erzielt man mit ITAE. Es gibt Überschwingungen, aber die Reaktion ist schnell und die Abklingzeit kurz. Für alle eben besprochenen Integral-Beurteilungskriterien wurden Reglereinstellungsbedingungen erarbeitet, um die mit ihnen verbundenen Abweichungen zu minimieren. Sowohl bei manueller Eingabe als auch bei experimenteller Bestimmung der Prozeßantwortkoeffizienten können die idealen PID-Koeffizienten für die ITAE-Beurteilung leicht aus den Gleichungen 10.13, 10.14 und 10.15 berechnet werden:

$$K_c = \left(\frac{1{,}36}{K_p}\right) \cdot \left(\frac{L}{T_1}\right)^{-0{,}947} \qquad (10.13)$$

$$T_i = \left(\frac{1{,}19}{T_1}\right) \cdot \left(\frac{L}{T_1}\right)^{0{,}738} \qquad (10.14)$$

$$T_d = (0{,}381 \cdot T_1) \cdot \left(\frac{L}{T_1}\right)^{0{,}995} \qquad (10.15)$$

Für langsame Systeme wird die Zeitspanne zwischen den erzwungenen Änderungen der Steuerspannung verlängert, um ein „Aufhängen“ des Reglers zu vermeiden (Aufhängen = das schnelle Anwachsen des Regelsignals ohne daß das System die Möglichkeit hat, auf das veränderte Signal zu antworten). Dadurch wird eine Antwort auf die vorhergegangene Änderung der Reglereinstellung möglich und außerdem können „kräftige“ Reglereinstellungen gemacht werden. Ein weiterer Vorteil ist die größere Unempfindlichkeit gegen Prozeßrauschen, weil die für die Regelung benützten Daten nicht nur von einer sondern von mehreren Messungen stammen und so die massenintegrierende Natur des Quarz-Kristalles genutzt wird.

Bei Prozessen mit kurzen Reaktionszeiten (kurzen Zeitkonstanten) und mit kleinen bis unmeßbaren Totzeiten hat der PID-Regler oft Schwierigkeiten mit dem Rauschen des Beschichtungsprozesses (Strahlablenkung, schnelle thermische Kurzschlüsse zwischen Schmelze und Verdampfer etc.). In diesen Fällen wird erfolgreich ein Regelalgorithmus vom Integral-Rücksetzungstyp verwendet. Dieser Regler integriert immer die Abweichung und drückt das System in Richtung Abweichung Null. Diese Technik arbeitet bei kleinen oder ganz verschwindenden Totzeiten gut, aber wenn sie bei merklicher Phasenverschiebung oder Totzeit angewendet wird, neigt der Regler zu Schwingungen, weil er das Reglersignal überkompensiert, bevor das System eine Chance hat zu antworten. **Auto Control Tune** erkennt die Eigenschaften dieser schnellen Systeme während der Messung einer Sprungantwort und benützt die Information um die Regelverstärkung für einen nicht PID Regelalgorithmus zu berechnen.

10.10 INFICON Gerätevarianten

Die angebotenen Geräteausführungen unterscheiden sich sowohl in der Hardware- als auch in der Software-Ausstattung: Das einfachste Gerät **XTM/2** ist ein reines Meß- bzw. Anzeigegerät, das keine Aufdampfquelle steuern kann.

Die Gruppe **XTC/2** und **XTC/C** kann auch Aufdampfquellen und bis zu drei verschiedene Schichten eines Prozesses steuern (nicht zu verwechseln mit neun verschiedenen Schichtprogrammen). In den Geräten **XTM/2**, **XTC/2** und **XTC/C** sind die Funktionen AutoZero und AutoTune nicht verfügbar und auch die Messung mit mehreren Sensoren gleichzeitig sowie die Steuerung von zwei Aufdampfquellen gleichzeitig kann nicht durchgeführt werden.

Das **IC/5** aber bietet allen heute verfügbaren Komfort: Messung mit bis zu acht Sensoren mit AutoZero und AutoTune aber auch die Möglichkeit der gleichzeitigen Steuerung von zwei Verdampferquellen. Darüber hinaus bietet es 24 Material-Programme, aus denen 250 Schichten in 50 Prozessen programmiert werden können. Zur Vereinfachung der Bedienung und Vermeidung von Fehlern verfügt das Gerät auch über ein Diskettenlaufwerk. Selbstverständlich können hier alle Arten von Quarzhaltern angeschlossen werden. Die Dickenauflösung liegt bei 1Å, die Ratenauflösung für Raten zwischen 0 und 99,9 Å/s bei 0,1 Å/s und für Raten zwischen 100 und 999 Å/s bei 1Å/s. Als besonderen Leckerbissen bietet das IC/5 als Option eine Mikrowaagen-Karte mit einem hochstabilen Referenzquarz. Dieser Oszillator ist 50 mal stabiler als der Standard Oszillator; Langzeitstabilität und Genauigkeit sind dann 2 ppm über den ganzen Temperaturbereich. Diese Option ist besonders für Beschichtungen von mit Material niederer Dichte und geringen Beschichtungsraten. Das ist zum Beispiel für Weltraumkontaminations- und Sorptions-Studien wichtig.

11 Anwendungen der Vakuumtechnik für Beschichtungsverfahren

11.1 Vakuumbeschichtungstechnik

Die Vakuumtechnik hat in den letzten beiden Jahrzehnten viele Anwendungen bei industriellen Produktionsverfahren gefunden. In Abb. 11.1 sind einige dieser Verfahren mit ihren typischen Arbeitsdruckbereichen zusammengestellt.

Da eine Diskussion aller Verfahren weit über den Rahmen dieser Broschüre hinausgeht, beschränken wir uns im folgenden exemplarisch auf einige Anwendungen aus dem wichtigen Bereich der Beschichtungstechnik.

Beschichtungsverfahren werden angewendet, um die Oberflächeneigenschaften des beschichteten Grundmaterials – des Substrats – zu verändern. Zum Beispiel lassen sich mit geeigneten Schichtsystemen auf Gläsern, deren optische Eigenschaften wie Transmission oder Reflexion in einem weiten Bereich einstellen. Metallschichten auf Kunststoffolien ergeben leitende Beläge für Wickelkondensatoren und Polymerschichten erhöhen die Korrosionsresistenz von Metallen.

Mit Vakuumbeschichtungsverfahren ist es möglich, Schichten mit Dicken zwischen wenigen Nanometern und mehr als 100 µm mit hoher Schichtdickengleichmäßigkeit und sehr guter Reproduzierbarkeit der Schichteigenschaften herzustellen. Es lassen sich ebene Substrate, Folien und Bänder ebenso beschichten, wie komplexe Formteile, wobei es kaum Einschränkungen bezüglich des Substratmaterials gibt. So sind Metalle, Legierungen, Gläser, Keramiken, Kunststoffe und Papier beschichtbar. Auch die Anzahl der Beschichtungsmaterialien ist sehr groß. Neben Metall- und Legierungsschichten können Schichten aus vielen chemischen Verbindungen hergestellt werden. Dabei können sandwichartige Schichtfolgen aus unterschiedlichen Materialien in einer Anlage aufgebracht werden. Ein entscheidender Vorteil der Vakuumbeschichtungsverfahren gegenüber anderen Beschichtungsmethoden besteht darin, daß allein durch die Wahl des speziellen Verfahrens und der Verfahrensparameter für ein gegebenes Material bestimmte gewünschte Schichteigenschaften wie Gefügestruktur, Härte, elektrische Leitfähigkeit oder Brechungsindex eingestellt werden können.

11.2 Beschichtungsquellen

Bei allen Vakuumbeschichtungsverfahren erfolgt der Schichtaufbau aus der Gasphase. Der abzuscheidende Dampf kann dabei durch die physikalischen Prozesse des Verdampfens und Zerstäubens oder durch chemische Reaktionen bereitgestellt werden. Man unterscheidet daher zwischen physikalischer und chemischer Dampfabscheidung

- physical vapor deposition = PVD
- chemical vapor deposition = CVD.

11.2.1 Thermische Verdampfer (Schiffchen etc.)

Zum Verdampfen wird das Material so hoch erhitzt, daß sich ein ausreichend hoher Dampfdruck bildet und die gewünschte Verdampfungs- bzw. Kondensationsrate einstellt. Die einfachsten Verdampfungsquellen bestehen aus Drahtwendeln oder Schiffchen aus Blech oder

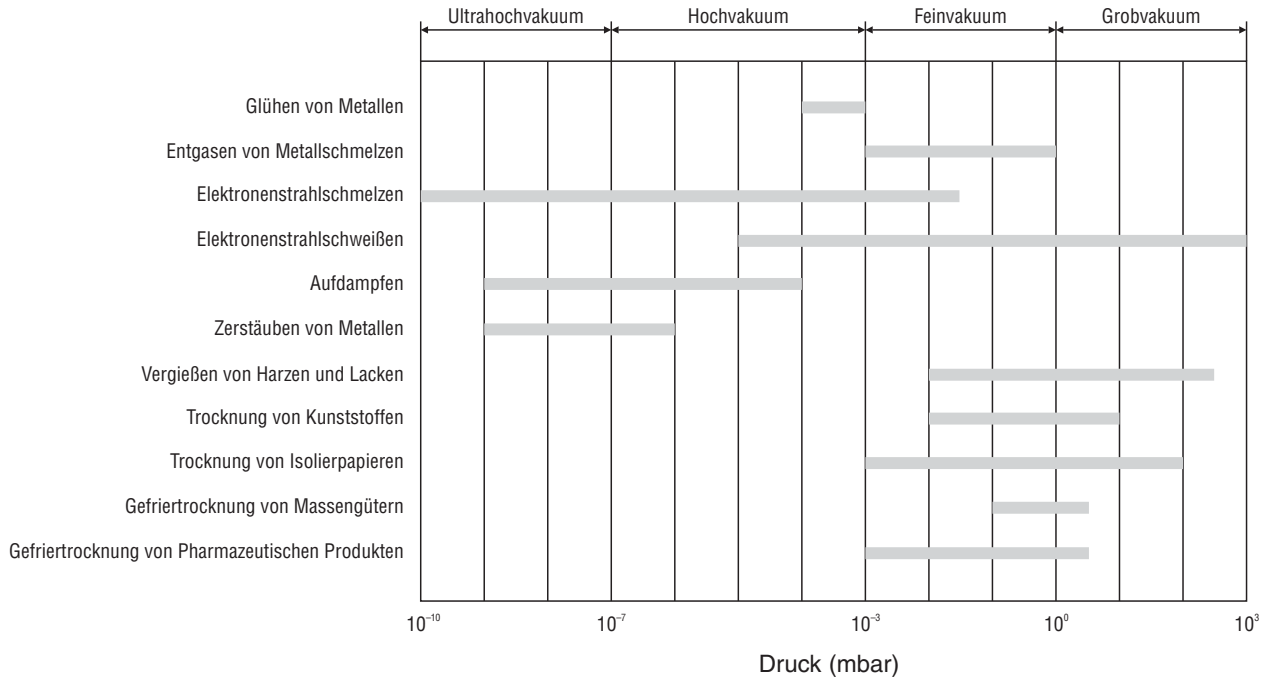


Abb. 11.1
Druckgebiete in denen verschiedene Vakuumverfahren arbeiten

elektrisch leitfähiger Keramik, die durch direkten Stromdurchgang aufgeheizt werden (Abb. 11.2). Allerdings gibt es hierbei Einschränkungen bezüglich der verdampfbaren Materialien. Nicht in allen Fällen können die notwendigen Verdampfertemperaturen erreicht werden, ohne daß es zu Reaktionen zwischen Quellenmaterial und dem zu verdampfenden Material kommt oder das Quellenmaterial verdampft ebenfalls merklich und verunreinigt dadurch die aufgedampfte Schicht.

11.2.2 Elektronenstrahlverdampfer (Elektronenkanonen)

Beim Verdampfen mit Elektronenstrahlkanonen wird das Beschichtungsmaterial, das sich in einem wassergekühlten Tiegel befindet, mit einem gebündelten Elektronenstrahl beschossen und dadurch aufgeheizt. Da der Tiegel kalt bleibt, ist eine Verunreinigung der Schicht durch Tiegelmaterial prinzipiell ausgeschlossen, so daß hohe Schichtreinheiten erreicht werden können. Mit dem gebündelten Elektronenstrahl lassen sich sehr hohe Temperaturen des zu verdampfenden Materials und damit sehr hohe Abdampfraten erreichen. So können neben Metallen und Legierungen auch hochschmelzende Verbindungen wie Qxide verdampft werden. Über die Leistung des Elektronenstrahls kann man die Abdampfrate einfach und nahezu trägheitslos steuern.

11.2.3 Kathodenzerstäubung (Sputtern)

Bei der Kathodenzerstäubung (engl.: sputtern) wird ein Festkörper, das Target, mit energiereichen Ionen aus einer Gasentladung beschossen (Abb. 11.3). Durch Impulsübertrag werden aus dem Target Atome herausgeschlagen, die auf dem gegenüberliegenden Substrat kondensieren. Die abgestäubten Teilchen haben wesentlich höhere Energien als beim Verdampfen. Daher sind die Kondensations- und Schichtwachstumsbedingungen bei beiden Verfahren sehr unterschiedlich. Gesputterte Schichten weisen in der Regel höhere Haftfestigkeit und kompakteren Schichtaufbau auf, als aufgedampfte Schichten. Sputterkathoden werden in vielen unterschiedlichen geometrischen Konfigurationen und

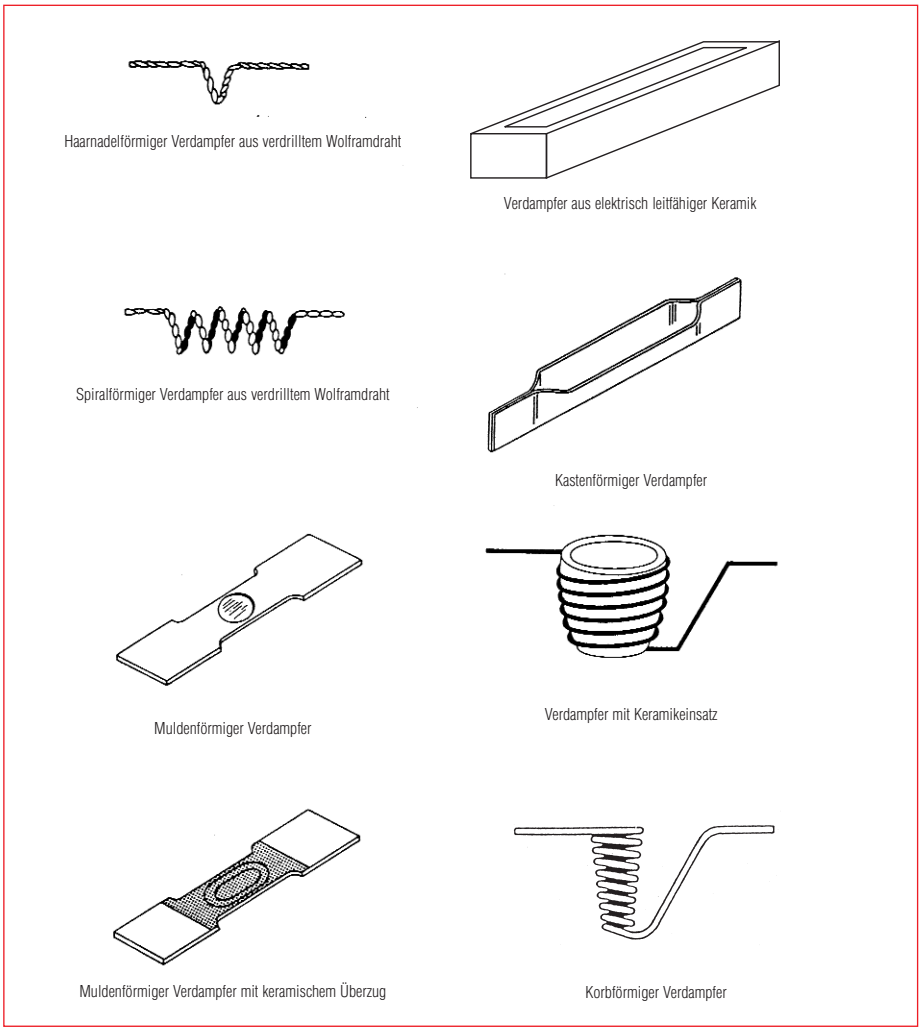


Abb.11.2
Verschiedene thermische Verdampfer

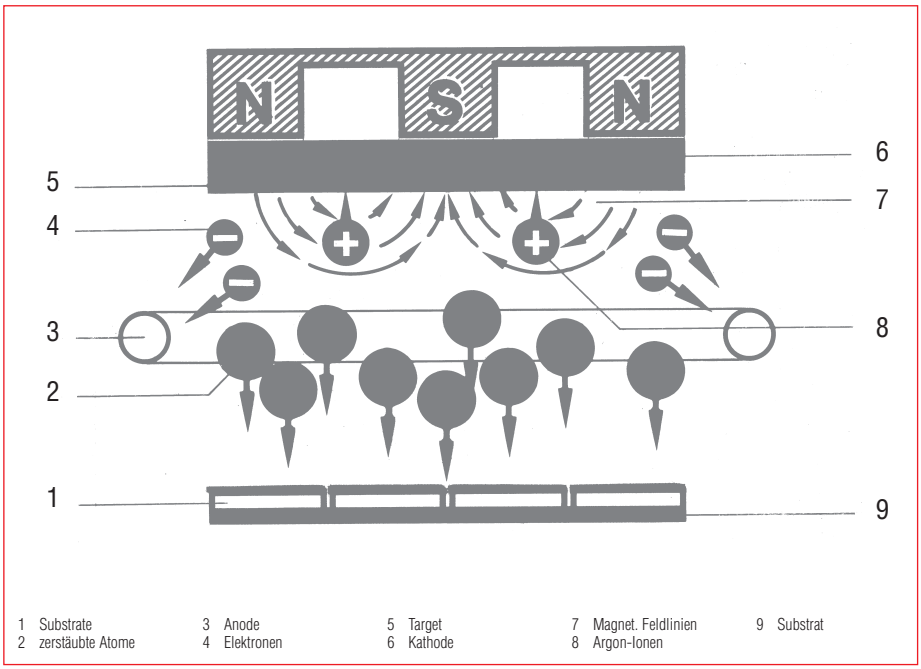


Abb. 11.3
Funktionschema einer Hochleistungs-Kathodenzerstäubungsanordnung

elektrischen Beschaltungen eingesetzt. Allen gemeinsam ist die gegenüber Verdampferquellen großflächige Ausdehnung der Teilchenquelle, so daß große Substrate mit hoher Schichtgleichmäßigkeit beschichtet werden können. Als Beschichtungsmaterialien sind neben Metallen und Legierungen beliebiger Zusammensetzung auch Oxide einsetzbar.

11.2.4 Chemische Dampfabscheidung (CVD)

Im Gegensatz zu den bisher behandelten PVD-Verfahren, bei denen die abzuscheidende Substanz fest oder flüssig vorliegt, wird bei chemischer Dampfabscheidung das Material bereits in einer dampfförmigen Verbindung in die Vakuumanlage eingelassen. Zum Abscheiden des Materials muß die Verbindung thermisch, d. h. durch entsprechende hohe Temperaturen, oder mit Hilfe eines Plasmas angeregt werden. Dabei laufen im allgemeinen eine große Zahl chemischer Reaktionen ab, die man nutzt, um die Zusammensetzung und Eigenschaften der entstehenden Schichten gezielt zu beeinflussen. So kann man z. B. aus dampfförmigen Silizium-Wasserstoff-Verbindungen weiche Si-H-Polymerschichten, harte Siliziumschichten oder – durch Zugabe von Sauerstoff – Quarzschichten herstellen.

11.3 Vakuumbeschichtungsverfahren / Anlagentypen

11.3.1 Teilebeschichtung

Vakuumverfahren ersetzen bei Formteilen zunehmend herkömmliche Beschichtungsverfahren wie z. B. die Galvanik. So werden mit Vakuumverfahren u. a. Automobilreflektoren verspiegelt, Kunststoffartikel der Möbel-, Schmuck-, Uhren- und Elektronikindustrie metallisiert und optische Effekte auf Artikeln der Schmuckindustrie erzeugt.

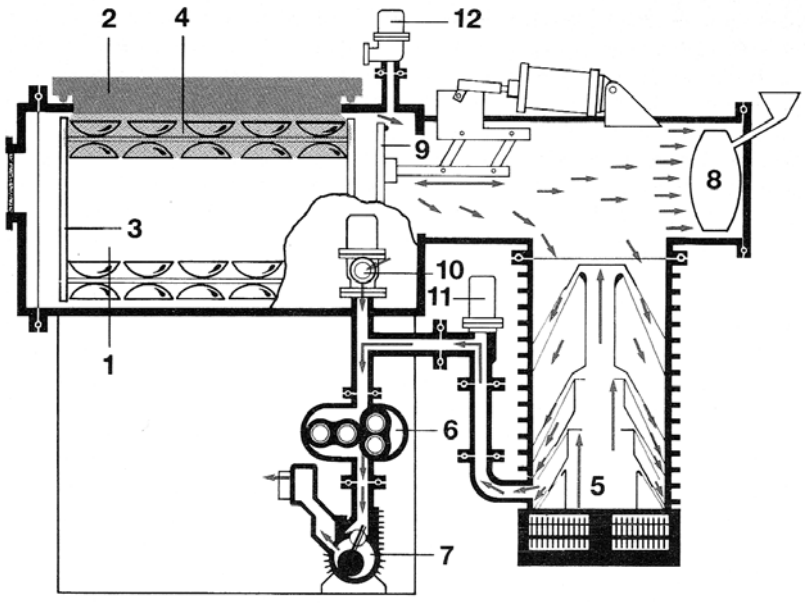
Einen Vakuum-Anlagentyp, in dem große Chargen von Formteilen gleichzeitig beschichtet werden können, zeigt Abb. 11.4. Die zu beschichtenden Substrate befinden sich auf einem Käfig, der sich an der Beschichtungsquelle – in diesem Beispiel eine Sputterkathode – vorbeidreht.

Vor Beginn der eigentlichen Beschichtung werden bei einigen Anwendungen die Substrate durch eine Glimmbehandlung gereinigt und die Oberfläche aktiviert. Dies erhöht die Haftfestigkeit und die Reproduzierbarkeit der Schichteigenschaften. Nach dem Sputtern kann eine Korrosionsschutzschicht aufgebracht werden. Dazu wird ein gasförmiges Monomer in die Anlage eingelassen und eine Hochfrequenz-Plasmaentladung gezündet. Das Monomer wird im Plasma aktiviert und schlägt sich als Polymerschicht auf den Substraten nieder. Bei diesem Anlagentyp können sich auf dem Käfig Kunststoff-Substrate mit einer Oberfläche von einigen 10 m^2 und entsprechend hohen Desorptionsgasströmen befinden. Das Vakuumsystem der Anlage muß in der Lage sein, trotz dieser hohen Gaslasten die notwendigen Drücke zuverlässig zu erreichen. Im gezeigten Beispiel wird die Anlage mit einer Kombination aus Vor- und Wälzkolbenpumpe vorevakuiert. Eine Diffusionspumpe bildet zusammen mit einer Kaltfläche das Hochvakuumpumpsystem. Die Kaltfläche pumpt einen Großteil des Wasserdampfs und der flüchtigen Substanzen, die von den Kunststoffteilen abgegeben werden, während die Diffusionspumpe im wesentlichen die nicht kondensierbaren Gase sowie das für den Sputterprozeß benötigte Edelgas pumpt.

Ein völlig anderes Anlagenkonzept für die gleichen Prozeßschritte ist in Abb. 11.5 dargestellt. Die Anlage besteht aus vier vakuumtechnisch voneinander getrennten Stationen, die von einer sich um die senkrechte Achse drehenden Trommel mit vier Substratkammern und den in den Vakuumkessel eingebauten Prozeßstationen gebildet werden. Bei der Rotation bewegt sich eine Substratkammer von der Be- und Entladestation über die Vorbehandlungs- Metalisier- und Schutzbeschichtungsstation wieder zur Be- und Entladeposition. Da jede Station ihr eigenes Pumpsystem besitzt, können alle vier Prozesse gleichzeitig mit voneinander völlig unabhängig einstellbaren Prozeßparametern betrieben werden. Das Vakuumsystem der Anlage besteht aus Turbo-Molekularpumpen mit Vorpumpsätzen aus Wälzkolben- und Drehschieberpumpen.

11.3.2 Bandbeschichtung

Metallisierte Kunststoffolien und Papiere spielen eine wichtige Rolle bei Lebensmittelverpackungen. Sie machen die Lebensmittel entsprechend den Ansprüchen von Lager- und Transportlogisitk haltbar und geben der Verpackung ein ansprechendes Erscheinungsbild. Ein weiteres wichtiges



1 Vakuumkammer
2 Hochleistungskathode
3 Substratträger
4 Substrate
5 Diffusionspumpe
6 Wälzkolbenpumpe
7 Sperrschieberpumpe
8 Kühlfalle
9 Hochvakuumventil
10 Ventil für Umwegleitung
11 Druckausgleichsventil
12 Flutventil

Abb. 11.4
Schema einer „Batch"-Anlage für die Teilebeschichtung

Beschichtungsverfahren

Einsatzgebiet von metallisierten Folien ist die Herstellung von Folienkondensatoren für elektrische und elektronische Anwendungen. Die Metallisierung erfolgt in Vakuum-Bandbeschichtungsanlagen. Ein typisches Schema zeigt Abb. 11.6. Die Anlage besteht aus zwei Kammern, der Wickelkammer mit der Rolle der zu beschichtenden Folie und dem Wickelsystem sowie der Beschichtungskammer, in der sich die Verdampfer befinden. Beide Kammern sind, bis auf zwei Schlitze, durch welche die Folie läuft, vakuumtechnisch voneinander getrennt. Damit ist es möglich, die hohen Gaslasten aus dem Kunststoffwickel mit einem relativ kleinen Pumpstand abzupumpen. Der Druck in der Wickelkammer kann dabei um mehr als Faktor 100 höher sein als der sich gleichzeitig einstellende Druck in der Bedampfungskammer. Der Pumpstand für die Wickelkammer besteht üblicherweise aus einer Kombination von Wälzkolben- und Drehschieberpumpen.

Bei extrem stark entgasenden Wickeln aus Papier kann es notwendig sein, in der Wickelkammer zusätzlich eine Kaltfläche als Wasserdampfpumpe zu installieren.

Die Rollen der Folien oder Papiere haben eine Durchmesser zwischen 400 und 1000 mm und eine Breite zwischen 400 und 3000 mm. Für das Auf- und Abwickeln sowie die Bandführung ist ein präzises, elektronisch geregeltes Wickelsystem notwendig.

Für die Beschichtung wird das Band mit einer Geschwindigkeit von mehr als 10 m/s über einer Anordnung von Verdampfern aus keramischen Schiffchen vorbeigeführt, aus denen Aluminium verdampft wird. Um bei den hohen Bandgeschwindigkeiten die notwendigen Al-Schichtdicken zu erreichen, sind sehr hohe Abdampfraten notwendig. Dazu müssen die Verdampfer mit Temperaturen von mehr als 1400 °C betrieben werden. Die Wärmestrahlung der Verdampfer, zusammen mir der Kondensationsleistung der aufwachsenden Schicht stellen eine erhebliche thermische Belastung für das Band dar. Mit Hilfe gekühlter Walzen wird die Folie während und nach der Beschichtung so temperiert, daß sie während der Beschichtung nicht beschädigt und vor dem Aufwickeln ausreichend abgekühlt ist.

Abb.11.5
Mehrkammer-Teilebeschichtungsanlage (Rotationsymmetrisches In-line System DYNAMET 4V)

Während des gesamten Beschichtungsvorgangs wird laufend die Schichtdicke mit einem optischen Meßsystem oder über eine elektrische Widerstandsmessung bestimmt. Die Meßwerte werden mit den an der Anlage eingestellten Schichtdickensollwerten verglichen und damit die Verdampferleistung automatisch geregelt.

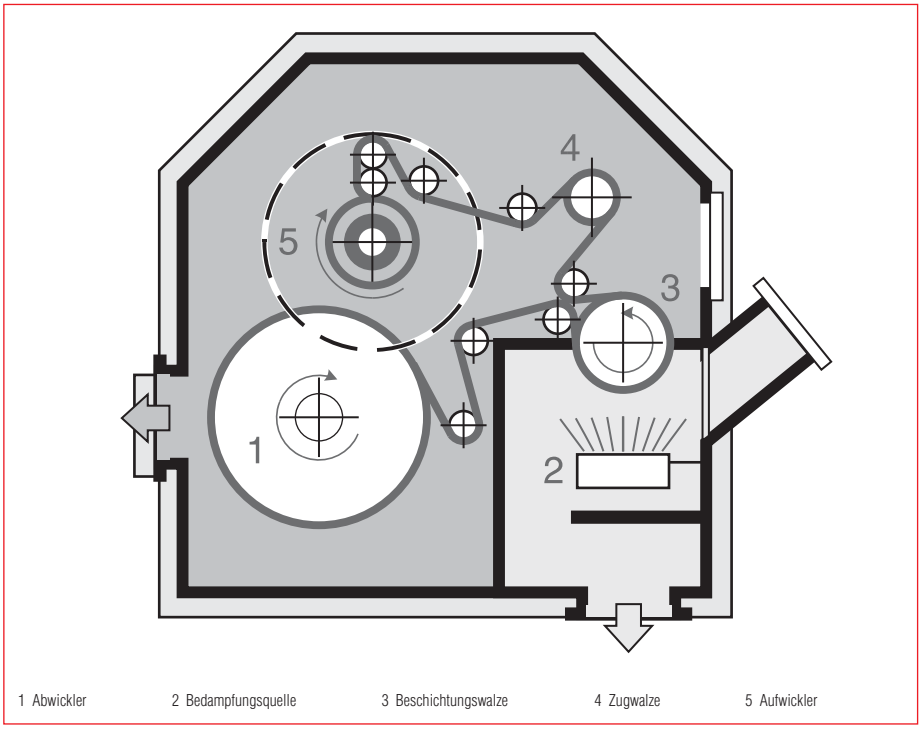


Abb. 11.6
Schema einer Band-Beschichtungsanlage

11.3.3 Optische Schichten

Vakuumbeschichtungen finden breite Anwendungen in der Brillenoptik, bei Linsen für Kameras und andere optische Instrumente sowie bei vielfältigen optischen Filtern und Spezialspiegeln. Um die gewünschten Transmissions- oder Reflexionseigenschaften zu erreichen werden mindesten drei, aber manchmal bis zu 50 Schichten auf das Glas- oder Kunststoffsubstrat aufgebracht. Dabei müssen die Schichteigenschaften wie Dicke und Brechungsindex der einzelnen Schichten untereinander sehr genau eingehalten werden. Die meisten dieser Schichtsysteme werden durch Aufdampfen mittels Elektronenstrahlverdampfern in Einkammeranlagen hergestellt (Abb. 11.7). Am Boden des Rezipienten befinden sich die Verdampfer, in der Regel mit automatisch betätigten Tiegeln, in denen sich mehrere unterschiedliche Materialien befinden. Die Substrate werden auf einer rotierenden Kalotte über den Verdampfern gehalten. Durch geeignete Blenden und durch die Relativbewegung zwischen Verdampfern und Substraten werden sehr hohe Schichtgleichmäßigkeiten erreicht. Mit Hilfe von Quarz-Schichtdickenmeßgeräten (siehe Abschnitt 10) und direkter Messung der erreichten optischen Eigenschaften des Schichtsystems während des Aufdampfens wird der Beschichtungsprozeß vollautomatisch gesteuert.

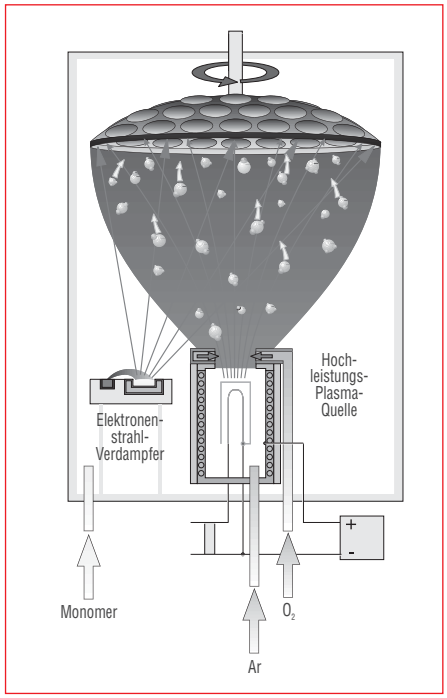


Abb. 11.7
Aufdampfanlage für optische Schichtsysteme

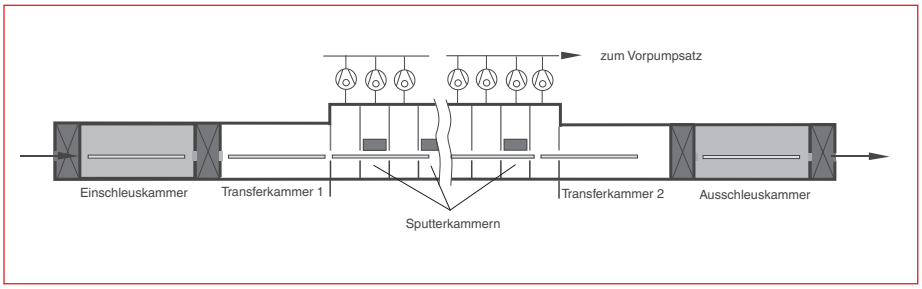


Abb. 11.8
Anlage für die Beschichtung von Glasscheiben – 3-Kammer In-line System, Durchsatz bis 3,600.000 m²/Jahr

Eine der wesentlichen Anforderungen an die Schichtsysteme ist, daß sie ihre Eigenschaften unter üblichen Umgebungsbedingungen über lange Zeiten beibehalten. Dazu ist es notwendig, beim Aufdampfprozeß dafür zu sorgen, daß möglichst dichte Schichten entstehen, in die kein Sauerstoff oder Wasser eindringen kann. Bei Mineralgläsern wird dies erreicht, indem man die Substrate während der Beschichtung durch Strahlungsheizer auf Temperaturen von bis zu 300 °C hält. Kunststofflinsen, wie sie in der Brillenoptik eingesetzt werden, dürfen aber nicht über 80 °C erwärmt werden. Um auch hier dichte, stabile Schichtsysteme zu erhalten, werden während der Beschichtung die Substrate mit Ar-Ionen aus einer Ionenquelle beschossen. Durch das Ionenbombardement wird in der aufwachsenden Schicht gezielt soviel Energie eingebracht, so daß sich die aufgedampften Teilchen auf den energetisch günstigsten Gitterplätzen anordnen ohne daß die Substrattemperatur unzulässig hohe Werte erreicht. Gleichzeitig kann dem Argon Sauerstoff beigemischt werden. Die so entstehenden Sauerstoffionen sind sehr reaktiv und stellen sicher, daß in die aufwachsende Schicht in gewünschter Weise Sauerstoff eingebaut wird.

Das Vakuumsystem einer solchen Aufdampfanlage besteht in der Regel aus einem Vorpumpstand mit Vorpumpe und Wälzkolbenpumpe sowie einem Hochvakuum-Pumpensystem. Hier werden – je nach Anforderungen – Diffusionspumpen, Kryopumpen oder Turbo-Molekularpumpen eingesetzt, meist in Verbindung mit großen maschinengekühlten Kaltflächen. Die Pumpen müssen so angebracht und durch Abschirmungen geschützt werden, daß kein Aufdampfmaterial in die Pumpen gelangen kann und daß die in der Anlage eventuell angebrachten Heizer die Pumpen thermisch nicht überlasten. Da Abschirmungen grundsätzlich das effektive Saugvermögen reduzieren, muß der Anlagenhersteller einen geeigneten Kompromiß zwischen Abschirmwirkung und Reduktion des Saugvermögens finden.

11.3.4 Glasbeschichtung

Beschichtetes Glas spielt eine wichtige Rolle in einer Reihe von Anwendungen: Fensterscheiben in gemäßigten und kalten Klimazonen werden mit wärmereflektierenden Schichtsystemen versehen, um die Heizkosten zu senken; in Ländern mit hoher Sonneneinstrahlung verwendet man Sonnenschutzschichten, welche die Klimatisierungskosten reduzieren; beschichtete Autoscheiben verringern das Aufheizen des Innenraumes, und Spiegel finden sowohl in der Möbel- als auch in der Automobilindustrie Verwendung. Die meisten dieser Beschichtungen erfolgen in großen Vakuum In-line Anlagen. Ein typisches Anlagenschema zeigt Abb. 11.8. Die einzelnen Glasscheiben werden bei Atmosphärendruck in eine Einschleuskammer eingefahren. Nachdem das Einschleusventil geschlossen ist, wird die Kammer mit einem Vorpumpstand evakuiert. Sobald der Druck hinreichend niedrig ist, kann das Ventil zu der evakuierten Transferkammer geöffnet werden. Die Glasscheibe fährt in die Transferkammer und von hier aus mit konstanter Geschwindigkeit in die Prozeßkammern, wo die Beschichtung mit Hilfe von Sputterkathoden erfolgt. Auf der Ausschleusseite der Anlage gibt es analog zur Einschleusseite eine Transferkammer, in der die Scheibe geparkt wird, bis sie durch die Ausschleuskammer ausgeschleust werden kann.

Da die meisten Schichtsysteme abwechselnd aus Metall- und Oxydschichten bestehen, aber die Metallschichten nicht durch Sauerstoff verunreinigt werden dürfen, müssen die einzelnen Prozeßstationen sowohl untereinander als auch von den Transferstationen vakuumtechnisch getrennt werden. Das Einsetzen von Ventilen zur Trennung der Prozeßkammern ist ungünstig, weil daraus viel größere Anlagenabmessungen resultieren. Um auch die häufigen und unerwünschten Anfahr- und Abbremsvorgänge zu vermeiden, erfolgt die vakuumtechnische Trennung der Prozeßkammern durch sogenannte „Schlitzschleusen", das sind ständig offene Schlitze und eine Zwischenkammer mit eigener Vakuumpumpe (Abb. 11.9). Die Leitwerte der Schlitzschleusen und damit der Schlitze werden so klein wie technisch möglich gemacht, so daß die Glasscheiben gerade noch durch transportiert werden können. Das Saugvermögen der Pumpe an der Zwischenkammer wird so groß wie möglich gemacht. Damit ergibt sich in der Zwischenkammer ein sehr viel niedrigerer Druck als in den Prozeßkammern, so daß der Gasfluß von einer Prozeßkammer über die Zwischenkammer in die benachbarte Prozeßkammer stark reduziert ist. Für besonders hohe Anforderungen kann es notwendig sein, mehrere Zwischenkammern zwischen zwei Prozeßkammern zu setzen. Als Hochvakuumpumpen werden fast ausschließlich Turbo-Molekularpumpen eingesetzt, da nur mit diesen die für die Sputterprozesse notwendigen hohen Gasflüsse in den Prozeßkammern mit großer zeitlicher Stabilität des Saugvermögens und niedrigen Kohlenwasserstoffkonzentrationen erreicht werden können.

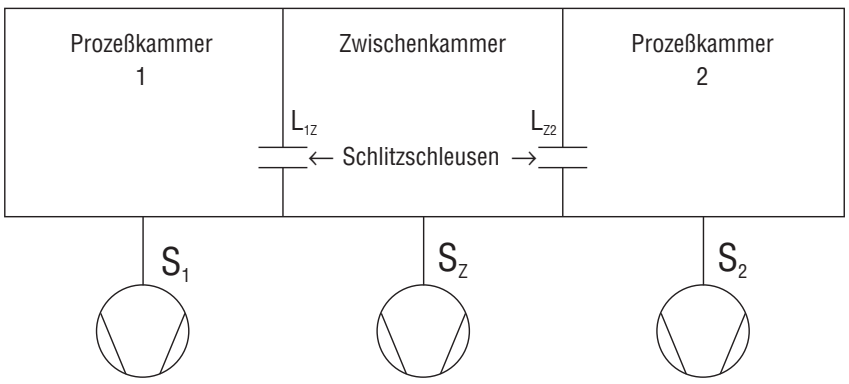
Während Transfer- und Prozeßkammern ständig evakuiert sind, müssen Ein- und Ausschleuskammer zyklisch geflutet und wieder evakuiert werden. Hierfür werden wegen der großen Volumina dieser Kammern und der kurzen Taktzeiten große Saugvermögen benötigt, die mit Kombinationen aus Drehschieber- und Wälzkolbenpumpen realisiert werden. Bei besonders kurzen Taktzeiten kommen auch voreinlaßgekühlte Wälzkolbenpumpen zum Einsatz.

Alle wesentlichen Funktionen einer Anlage, wie Glastransport, Regelung der Sputterprozesse und Steuerung der Pumpen erfolgen vollautomatisch. Nur so können hohe Produktivität bei gleichzeitig hoher Produktqualität sichergestellt werden.

11.3.5 Anlagen für die Herstellung von Datenspeichern

Beschichtungen für magnetische oder magnetooptische Datenspeichermedien bestehen in der Regel aus mehreren funktionellen Schichten, die auf die mechanisch fertig bearbeiteten Speicherplatten aufgebracht werden. Setzt man mehrere Platten auf einen gemeinsamen Träger, können die Beschichtungsprozesse in einer vom Prinzip ähnlichen Anlage erfolgen, wie sie für die Glasbeschichtung eingesetzt wird. Allerdings müssen die meisten Speicherplatten beidseitig beschichtet werden und es werden wesentlich höhere Anforderungen an Partikelfreiheit gestellt. Daher verwenden In-line Anlagen für Datenspeicher einen senkrecht stehenden Carrier, der durch die Anlage fähr. (Abb. 11.10). In den Prozeßstationen befinden sich auf beiden Seiten des Trägers die Sputterkathoden, so daß gleichzeitig Vorder- und Rückseite der Speicherplatten beschichtet werden können.

Ein völlig anderes Anlagenkonzept wird bei der Einzelbeschichtung der Speicherplatten angewandt. Hier sind die einzelnen Prozeßstationen an einer Vakuumkammer auf einem Kreis angeordnet (Abb. 11.11). Die Platten werden einzeln aus einem Magazin an einen sternförmigen Transportarm übergeben. Der Transportarm taktet jeweils um eine Station weiter und transportiert so die Substrate von einer Prozeßstation zur nächsten. Während des Taktens sind alle Prozesse ausgeschaltet und die Stationen sind vakuumtechnisch miteinander verbunden. Sobald der Arm die Prozeßstellung erreicht hat, werden die einzelnen Stationen durch Schließen von Abdichtungen voneinander getrennt, jede durch ihre eigene Turbo-Molekularpumpe gepumpt und die einzelnen Prozesse gestartet. Es laufen dann so viele Prozesse parallel ab, wie Prozeßstationen an der Anlage vorhanden sind. Durch die Abdichtung der Prozeßstationen kann eine sehr gute vakuumtechnische Trennung der einzelnen Prozesse voneinander erreicht werden. Allerdings bestimmt der langsamste Prozeßschritt die Taktzeit. Für besonders zeitintensive Prozesse müssen daher unter Umständen zwei Prozeßstationen reserviert werden.



L_{1Z}, L_{Z2} = Leitwert zwischen Zwischenkammer und Prozeßkammer 1 bzw. 2
S_Z = Saugvermögen an der Zwischenkammer
S_1, S_2 = Saugvermögen an der Prozeßkammer 1 bzw. 2

Abb. 11.9
Prinzip der Kammertrennung durch Druckstufen

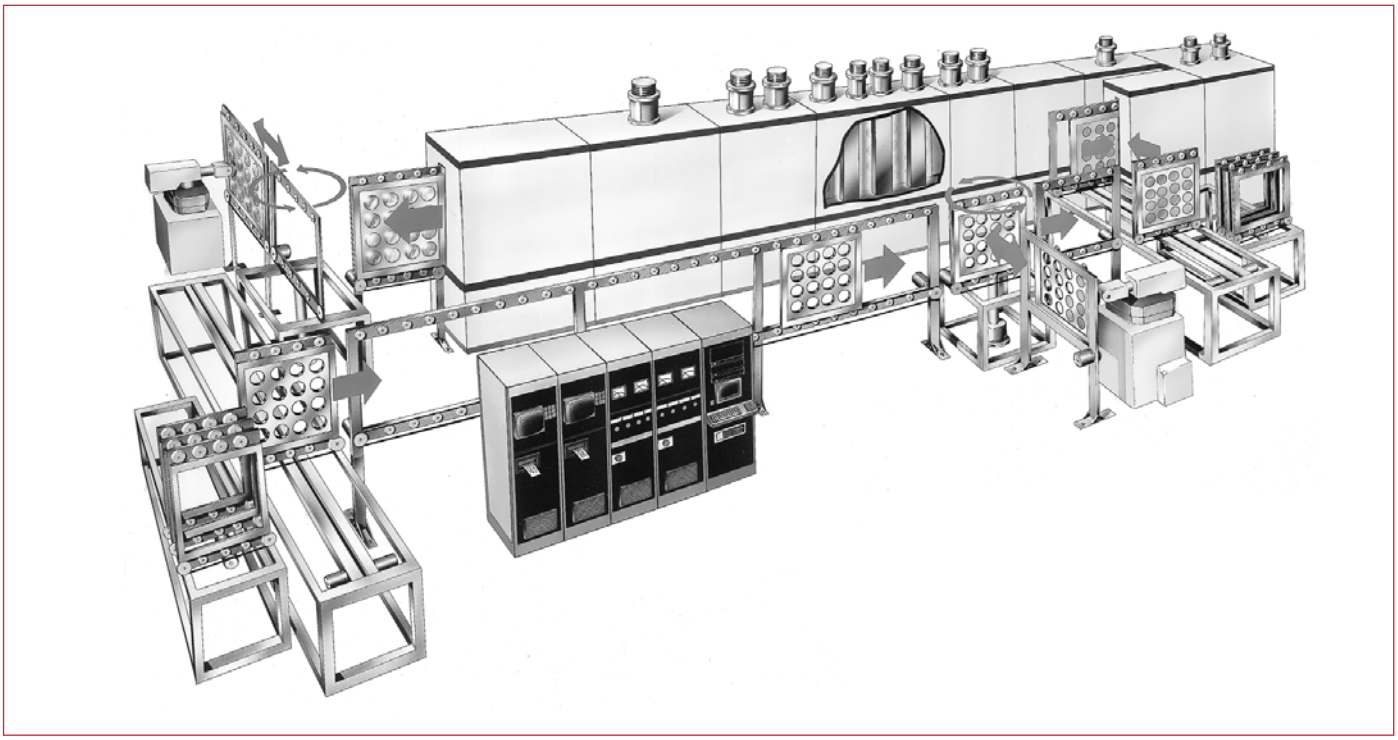


Abb. 11.10
Anlage zur Beschichtung von Datenspeicherplatten mit Carrier-Transportsystem

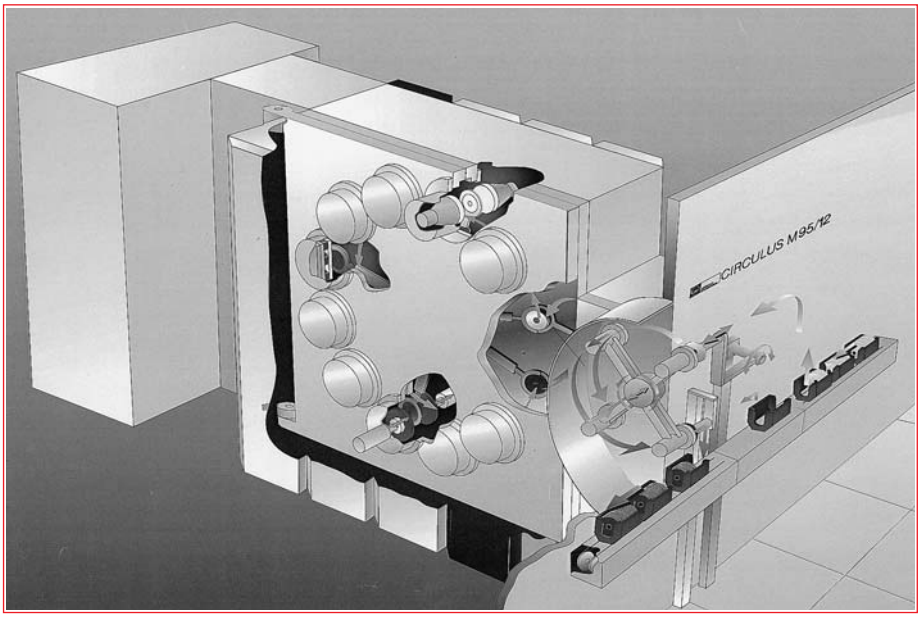


Abb. 11.11
Anlage für Einzelbeschichtung von Datenspeichern

12 Betriebshinweise für Vakuum-Apparaturen

12.1 Fehlerursachen bei Nicht-Erreichen oder zu spätem Erreichen des gewünschten Enddruckes

Wird in Vakuum-Apparaturen der gewünschte Enddruck nicht oder erst nach viel zu langer Pumpzeit erreicht, so können folgende Fehler hierfür verantwortlich sein:

Wird der gewünschte Enddruck nicht erreicht, kann

- die Apparatur undicht oder verschmutzt,
- die Pumpe verschmutzt oder beschädigt,
- das Vakuummeter defekt sein.

Wird der gewünschte Enddruck erst nach sehr langer Zeit erreicht, kann

- die Apparatur verschmutzt,
- die Saugleitung mit den Drosselstellen zu eng,
- die Pumpe verschmutzt oder zu klein dimensioniert oder
- das Saugvermögen der Pumpe durch andere Ursachen vermindert sein.

Um den Fehler zu finden, geht man gewöhnlich so vor, daß man den evakuierten Rezipienten, wo es möglich ist, von dem Pumpensystem abtrennt und diesen z. B. mit Hilfe der Druckanstiegsmethode für sich auf Dichtheit und Verschmutzung untersucht. Hat sich ergeben, daß der Behälter in dieser Hinsicht fehlerfrei ist, so wird man als nächstes das Meßsystem auf Sauberkeit überprüfen (siehe Abschnitt 12.4.2) und schließlich – falls erforderlich – die Pumpe oder das Pumpsystem selbst untersuchen.

12.2 Verschmutzung von Vakuumbehältern und ihre Beseitigung

Neben der Druckanstiegsmethode (Abschnitt 9.4.1) gibt es eine Methode, Verschmutzungen festzustellen, die darauf beruht, daß kondensierbare Dämpfe im allgemeinen den Hauptanteil am Gasgemisch in verschmutzten Behältern ausmachen: Den Vergleich der Druckanzeige eines Kompressions-Vakuummeters (Partialdruck der nicht kondensierbaren Gase) mit der eines elektrischen Vakuummeters z. B. Wärmeleitungs- oder Ionisations-Vakuummeter (Totaldruck). Diese beiden Vakuummeter müssen allerdings ihrerseits sauber sein. Bei der Anwesenheit von Dämpfen zeigt das Kompressions-Vakuummeter einen viel besseren Druck an, als das elektrische Vakuummeter. Dies ist ein sicheres Zeichen für meist durch Öl verschmutzte Behälterwände. Ein sehr gebräuchliches Verfahren ist ferner der Vergleich der Druckanzeige ein und desselben Vakuummeters (kein Kompressions-Vakuummeter) mit und ohne vorgeschalteter Kühlfalle: Das Füllen der Kühlfalle mit flüssigem Stickstoff senkt bei verschmutzten Behältern den Druck schlagartig um eine Zehnerpotenz oder mehr, da die Dämpfe in der Falle ausfrieren.

Beseitigung der Verschmutzung bei Glasapparaturen
Haben die Verunreinigungen einen hohen Dampfdruck, so lassen sie sich relativ schnell abpumpen. Gelingt das nicht, so muß die Apparatur gereinigt werden. Verschmutzte Glasteile werden zunächst mit Chromschwefelsäure oder – falls dies erforderlich ist – mit verdünnter Flußsäure (1:30) gereinigt. Anschließend werden sie mit destilliertem Wasser nachgespült. Wenn diese Mittel nicht zum Erfolg führen, kann noch ein organisches Lösungsmittel versucht werden. Danach müssen die Glasteile wieder mit Methylalkohol und destilliertem Wasser nachgespürt werden (keinen vergällten Alkohol verwenden!).

Beseitigung der Verschmutzung bei Metallapparaturen
Metallteile weisen meist Spuren von Verschmutzung durch Fette oder Öle auf. Lassen sich diese nicht schnell durch Abpumpen entfernen, so müssen sie mit einem organischen Lösungsmittel gereinigt werden (vergällter Alkohol ist in jedem Fall ungeeignet). Größte Sauberkeit erzielt man mit Dampfbädern, wie sie in der Industrie üblich sind. Will man zu tiefen Drücken ($< 10^{-7}$ mbar) vorstoßen, so müssen die Metallteile nach der Reinigung bei Temperaturen bis zu 200 °C ausgeheizt werden. Grob verunreinigte Metallteile müssen zunächst durch Abspanen oder Sandstrahlen gereinigt werden. Diese Methoden haben aber den Nachteil, daß die behandelte Oberfläche durch Aufrauhen vergrößert wird und sich eventuell aktive Zentren bilden können, die leicht Dampfmoleküle adsorbieren. Eine zusätzliche Reinigung im Dampfbad (siehe oben) empfiehlt sich. Manchmal kann auch elektrolytisches Beizen der Oberfläche von Vorteil sein. Bei Hochvakuum-Bauteilen muß darauf geachtet werden, daß das Beizen nicht in eine Ätzung übergeht, welche die Oberfläche stark vergrößern würde. Für Grob- und Feinvakuumzwecke ist ein Polieren sandgestrahlter Flächen nicht notwendig, da die Oberfläche in diesen Druckbereichen nur eine untergeordnete Rolle spielt.

12.3 Allgemeine Betriebshinweise für Vakuumpumpen

Sind bei der Fehlersuche keine Fehler im Rezipienten und an den Meßröhren zu finden oder arbeitet die Apparatur auch nach Beseitigung der Fehler nicht zufriedenstellend, so sollte man zunächst die pumpenseitigen Flanschdichtungen und eventuell das Absperrventil prüfen. Flanschdichtungen sind bekanntlich die Stellen, an denen durch leichte Kratzer und geringfügig erscheinende mechanische Beschädigungen am leichtesten Undichtheiten auftreten können. Ist auch hierbei kein Fehler festzustellen, so empfiehlt es sich zu prüfen, ob die Pumpen gemäß den Betriebsanweisungen gewartet sind.

In diesem Abschnitt werden zunächst einige allgemeine Hinweise über die Wartung der Pumpen gegeben, um solche Fehler von vornherein zu vermeiden. Außerdem werden mögliche Fehler und ihre Ursachen besprochen.

12.3.1 Ölgedichtete Rotationsverdrängerpumpen (Drehschieberpumpen und Sperrschieberpumpen)

12.3.1.1 Ölverbrauch, Ölverschmutzung, Ölwechsel

Die Ölfüllung hat verschiedene Funktionen zu erfüllen: Sie dient

- zur Schmierung der bewegten Teile,
- zur Abdichtung der bewegten Teile gegen Atmosphärendruck,

- zur Abdichtung des Ventils,
- zur Ausfüllung des schädlichen Raumes unter dem Ventil,
- zur Abdichtung der Arbeitsräume gegeneinander.

Bei allen Pumpen kann die Ölfüllung durch eingebaute Ölstands-Schaugläser während des Betriebs kontrolliert werden. Vor allem bei Dauerbetrieb muß darauf geachtet werden, daß die Ölfüllung nicht unter den Minimalwert sinkt. Während eines Pumpprozesses stoßen ölgedichtete Rotationspumpen infolge ihrer hohen Arbeitstemperatur Öldämpfe aus dem Auspuffstutzen aus. Das führt zu einem Ölverlust, der von der Menge des angesaugten Gases oder Dampfes abhängig ist. Durch Einbau einer Grobabscheidung in die Auspuffleitung werden größere Öltröpfchen zurückgehalten, so daß der Ölverlust erheblich verringert wird. Mittels eines bei einigen Pumpen integrierten Ölnebelfilters werden auch allerfeinste Öltröpfchen zurückgehalten (Feinabscheidung), so daß auspuffseitig kein Ölnebel mehr auftritt und der Ölverlust praktisch auf Null reduziert ist, da – wie auch bei der Grobabscheidung – das abgeschiedene Öl der Pumpe wieder zugeführt wird. Für Pumpen ohne integrierte Feinabscheidung wird diese als Zusatzausrüstung angeboten.

Wird eine ölgefüllte Rotationspumpe ohne Einrichtungen zur Ölabscheidung und Ölrückführung betrieben, so muß mit einem je nach Pumpengröße und Arbeitsprozeß unterschiedlichem **Ölverbrauch** gerechnet werden. Dieser beträgt je angesaugtem m^3 (NTP) Luft (einschließlich angesaugtem Gasballast) in ungünstigen Fällen etwa 2 cm^3. Mit Hilfe des Diagramms der Abb. 12.1 läßt sich der bei einem Pumpprozeß zu erwartende Ölverlust in praktischen Fällen bestimmen. Das erläuternde Beispiel zeigt, daß beim Betrieb der Pumpe mit Gasballast mit einem höheren Ölverlust zu rechnen ist. Dieser allgemein gültige Sachverhalt ist in der Praxis stets zu berücksichtigen!

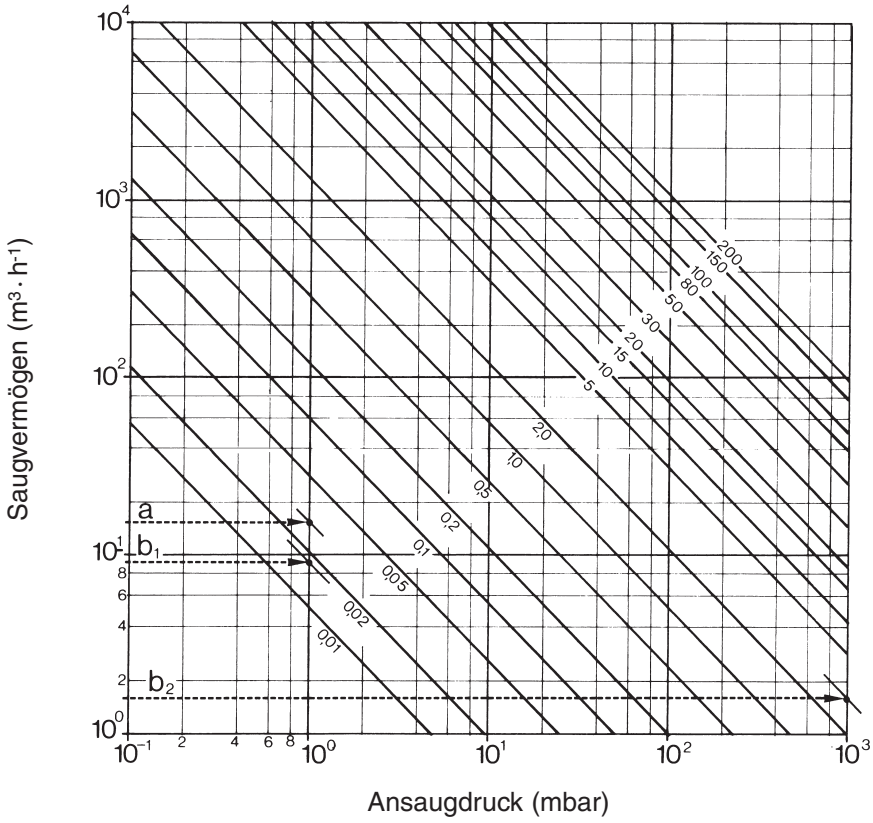
Ist das Pumpenöl durch Dämpfe oder Verunreinigungen, die im Arbeitsprozeß angefallen sind, unbrauchbar geworden, so muß es erneuert werden. Eine verbindliche Angabe, wann ein Ölwechsel vorzunehmen ist, kann nicht gemacht werden, weil die Zeit bis zum Unbrauchbarwerden des Öles nur von den Betriebsbedingungen abhängt. Unter sauberen Bedingungen (z. B. Vorpumpen zu Diffusionspumpen an Teilchenbeschleunigern) können Rotationsvakuumpumpen jahrelang ohne Ölwechsel laufen. Unter extrem unsauberen Bedingungen (z. B. bei Imprägnierung) kann es nötig sein, das Öl täglich zu wechseln. Ein Ölwechsel ist dann vorzunehmen, wenn das ursprünglich helle Öl durch Altern dunkelbraun bis schwarz geworden ist oder trüb, weil Flüssigkeit (z. B. Wasser) in die Pumpe gelangt ist. Ein Ölwechsel ist auch erforderlich, wenn bei Verwendung von Korrisionsschutzöl durch Flockenbildung angezeigt wird, daß das Korrosionsschutzmittel verbraucht ist.

Ausführung eines Ölwechsels

Der Ölwechsel soll immer bei ausgeschalteter, aber betriebswarmer Pumpe vorgenommen werden, wobei die bei jeder Pumpe angebrachte Ölablaßöffnung bzw. Öleinfüllöffnung zu benutzen ist. Bei starker Verschmutzung der Pumpe sollte eine Reinigung vorgenommen werden. Hierzu ist die entsprechende Betriebsanleitung zu berücksichtigen.

12.3.1.2 Wahl des Pumpenöls beim Abpumpen aggressiver Dämpfe

Sind korrodierende Dämpfe (z. B. Dämpfe von Säuren) abzupumpen, so sollte ein Korrosionsschutzöl PROTELEN® an Stelle des normalen Pumpenöls (N 62) verwendet werden. Solche Dämpfe reagieren mit dem basischen Korrosionsschutz des Öls. Durch die fortlaufend erfolgenden neutralisierenden Reaktionen wird der Korrosionsschutz je nach Menge und Säuregehalt der Dämpfe verbraucht. Entsprechend muß das Öl häufiger gewechselt werden. Korrosionsschutzöle sind entweder sehr hygroskopisch oder sie bilden mit Wasser leicht Emulsionen. Eine mit Korrosionsschutzöl gefüllte Pumpe nimmt daher, wenn sie längere Zeit nicht in Betrieb ist,



Beispiel: Ölverlust einer TRIVAC S 16 A beim Druck von 1 mbar:
a) *ohne Gasballast*: lt. Saugvermögenskurve S = 15 m^3/h; laut Diagramm; Ölverlust = 0,03 cm^3/h (Linie a)
b) *mit Gasballast*: S = 9 m^3/h bei 1 mbar; Ölverlust = 0,018 cm^3/h (Linie b1), plus zusätzlicher Verlust durch Gasballastmenge (0,1 des Nennsaugvermögens 1,6 m^3/h) das ist: Diagramm auf der Horizontalen b2 bis Atmosphärendruck: Zusätzlicher Verlust: 3 cm^3/h (schräge Linie). Gesamtverlust bei Gasballastbetrieb 0,018 + 3 = 3,018 cm^3/h

Abb. 12.1
Ölverlust ölgedichteter Pumpen
(bezogen auf einen ungefähren Maximalwert von 2 cm^3 Ölverlust je angesaugtem m^3 Luft (NTP))

Feuchtigkeit aus der Luft auf. Keinesfalls sollte man Wasserdampf durch eine mit Korrosionsschutzöl gefüllte Pumpe abpumpen, da die Schmiereigenschaften und der Korrosionsschutz des Öls dadurch beeinträchtigt werden. Durch die Wasseraufnahme des Öls können außerdem in solchen Pumpen nicht mehr die gleichen Enddrücke erreicht werden, wie sie mit sauberem Korrosionsschützöl oder mit normalem Pumpenöl (N 62) erreicht werden. Unter normalen Betriebsbedingungen sollten ölgefüllte Pumpen nicht mit einem Korrosionsschutzöl betrieben werden. Zum Absaugen von Luft, Wasserdampf und nicht korrodierenden organischen Dämpfen ist das Öl N 62 vorzuziehen, solange dafür gesorgt ist, daß die Dämpfe nicht in der Pumpe kondensieren können.

12.3.1.3 Maßnahmen beim Abpumpen verschiedener chemischer Substanzen

Dieser Absatz kann keine erschöpfende Behandlung der vielfältigen Anwendungsmöglichkeiten ölgedichteter Vakuumpumpen in der Chemie geben; für spezielle Fragen stehen unsere langjährigen Erfahrungen mit schwierigsten chemischen Applikationen zur Verfügung. Drei Teilaspekte sollen jedoch kurz behandelt werden: Das Abpumpen explosionsfähiger Gasgemische, kondensierbarer Dämpfe und korrosiver Dämpfe und Gase.

Explosionsschutz
Bei der Planung und Auslegung von Vakuumsystemen sind die einschlägigen Sicherheits- und Umweltschutzbestimmungen zu beachten. Der Betreiber muß die im System anfallenden Förderströme kennen und hierbei nicht nur die möglichen Betriebszustände berücksichtigen, sondern auch auf Störungsfälle achten. – Die wichtigsten Hilfsmittel zur Vermeidung explosionsfähiger Gemische sind neben der Inertisierung durch Schutzgase das Einhalten der Explosionsgrenzen mit Hilfe von Kondensatoren, Adsorptionsfallen und Gaswäschern.

Schutz vor Kondensation
LEYBOLD-Pumpen bieten drei Möglichkeiten an, um das Kondensieren von Dämpfen in der Pumpe zu vermeiden:

- Das Gasballastprinzip (siehe Abschnitt 2.1.2.4). Dieses erhöht die Dampfverträglichkeit der Pumpe erheblich.
- Erhöhte Pumpentemperatur. Die robuste Bauart unserer Pumpen erlaubt einen Betrieb bis zu einer Pumpentemperatur von max. 120 °C. Damit erhöht sich z. B. die Verträglichkeit für reinen Wasserdampf um das fünffache gegenüber dem normalen Gasballastbetrieb.
- Einsatz von Vakuumkondensatoren (siehe Abschnitt 2.1.2.7). Diese wirken als partial fördernde Pumpen und sind so zu dimensionieren, daß die nachgeschaltete Gasballastpumpe neben der Inertgasmenge nicht mehr Dampf fördert als der entsprechenden Dampfverträglichkeit entspricht.

Korrosionsschutz
Die ölgedichteten Pumpen sind durch ihren in allen Teilen vorhandenen Ölfilm bereits sehr gut gegen Korrosion geschützt. Unter Korrosion ist hier elektrochemische Auflösung von Metallen zu verstehen, d. h. die Abgabe von Elektronen durch das Metallatom und deren Aufnahme durch das Oxidationsmittel (korrosive Gase). Einem korrosionsbereiten Metallatom muß daher ein aktionsbereites Teilchen des Oxidationsmittels gegenüberstehen.

Hiermit wird der Korrosionsschutz der ölgedichteten Pumpen verständlich, denn die Konzentration des Oxidationsmittels im Öl ist vernachlässigbar gering und damit die Möglichkeit des Metalls Elektronen abzugegeben. Weiterhin wird damit deutlich, daß der Einsatz von sogenannten „nichtrostenden" Stählen nicht sinnvoll ist, denn für die Passivierung dieser Stähle ist eine Oxidation notwendig, um das sogenannte Passivgebiet der Stähle zu erreichen. Die kritische Passivierungsstromdichte tritt im allgemeinen bei ölgedichteten Pumpen nicht auf.

a) **Säuren**
Grundsätzlich sind unsere Pumpen zum Abpumpen von Säuren geeignet. In besonderen Fällen können sich Probleme mit dem Öl und mit saug- und / oder auspuffseitig angeschlossenen Zusatzeinrichtungen ergeben. Zur Lösung solcher Probleme steht Ihnen unsere Beratung in Köln zur Verfügung.

b) **Anhydride**
CO (Kohlenmonoxid) ist ein starkes Reduktionsmittel. Beim Abpumpen von CO darf daher keine Luft für den Gasballast verwendet werden, sondern allenfalls Inertgas (z. B. Ar oder N_2). Auch SO_2, SO_3 und H_2S sollten mit Inertgas-Gasballast abgepumpt werden. Bei diesen drei Anhydriden ist außerdem ein Korrosionsschutzöl zu verwenden. Das Abpumpen von CO_2 (Kohlendioxid) ist ohne besondere Maßnahmen durchführbar.

c) **Basische Lösungen**
Zum Abpumpen basischer Lösungen ist normales Pumpenöl N 62 zu verwenden. Natron- und Kalilauge sollte nicht in konzentrierter Form abgepumpt werden. Ammoniak läßt sich bei geschlossenem Gasballast gut abpumpen. Organisch-basische Medien wie Methylamin und Dimethylamin sind ebenfalls gut abzupumpen, allerdings bei geöffnetem Gasballastventil.

d) **Elementgase**
Das Abpumpen von Stickstoff und von Edelgasen bedarf keiner besonderen Maßnahme.

Beim Abpumpen von **Wasserstoff** muß die Gefahr des Entstehens eines explosiven Gemisches beachtet werden. Bei Wasserstoff darf keinesfalls das Gasballastventil geöffnet werden. Die Motoren der Pumpen sollten explosionsgeschützt sein.

Sauerstoff: Besondere Vorsicht ist beim Abpumpen von reinem Sauerstoff geboten! Hierfür müssen Spezialpumpenöle verwendet werden, die wir Ihnen nach Beratung durch uns mit einem Abnahmezeugnis des Bundesamtes für Materialprüfung (BAM) liefern können.

e) **Paraffine**
Die niedrigen Paraffine, z. B. Methan, Butan, lassen sich bei geschlossenem Gasballastventil oder mit Inertgas als Gasballast und / oder bei erhöhter Pumpentemperatur gut fördern. Achtung – erhöhte Explosionsgefahr!

f) **Alkohole**
Nach Erreichen der Betriebstemperatur kann Methyl- und Äthylalkohol ohne Gasballast abgepumpt werden (Pumpenöl N 62). Zum Abpumpen höherer Alkohole (Buthylalkohol u. a.) ist das Gasballast-Ventil zu öffnen oder andere Schutzmaßnahmen gegen Kondensation zu ergreifen.

g) **Lösungsmittel**

Azeton: Ohne Schwierigkeit abzupumpen; Betriebstemperatur abwarten.

Benzol: Vorsicht, Dämpfe leicht brennbar. Verschlechtert durch Auflösen des Pumpenöls den Enddruck. Luft-Benzol-Gemische sind explosiv und brennbar. Ohne Gasballast arbeiten! Eventuell Inertgas als Gasballast.

Tetrachlorkohlenstoff und Trichlor: Gut abzupumpen; nicht entzündbar und nicht explosiv, allerdings auch öllösend und so ebenfalls Enddruck verschlechternd; Betriebstemperatur abwarten. Beim Abpumpen von Tetra und anderen nicht brennbaren Lösungsmitteln Gasballastventil geöffnet halten. Pumpenöl N 62.

Toluol: Über Tiefkühlbaffle abpumpen. Ohne Gasballast abpumpen. Inertgas als Gasballast verwenden, keine Luft.

12.3.1.4 Betriebsfehler bei Gasballastpumpen – Mögliche Fehlerquellen bei Nichterreichen des geforderten Enddruckes

a) Das Pumpenöl ist (insbesondere durch gelöste Dämpfe) verschmutzt. Farbe und Beschaffenheit prüfen. Abhilfe: Pumpe längere Zeit bei abgesperrtem Rezipienten und geöffnetem Gasballastventil laufen lassen. In Fällen starker Verschmutzung ist ein Ölwechsel zu empfehlen. Mit verschmutztem Öl soll die Pumpe nicht längere Zeit stehen bleiben!

b) Die gleitenden Teile der Pumpe sind abgenützt oder beschädigt. Unter sauberen Bedingungen können unsere Pumpen jahrelang ohne besondere Wartung laufen. Wenn die Pumpe jedoch längere Zeit mit verschmutztem Öl gelaufen ist, so können die Lager und die Schieber mechanische Beschädigungen aufweisen. Dies ist immer dann anzunehmen, wenn die Pumpe trotz Ölwechsel nicht mehr den katalogmäßigen Enddruck erreicht. In diesem Fall sollte die Pumpe zur Reparatur gegeben oder unser Kundendienst in Anspruch genommen werden.

c) Das Meßinstrument ist verunreinigt (siehe Abschnitt 12.4.2).

Mögliche Fehlerquellen, wenn sich die Pumpe nicht mehr dreht:

- Elektrische Versorgung der Pumpe überprüfen.
- Die Pumpe hat länger mit verschmutztem / verharztem Öl stillgestanden.
- Die Pumpe ist kälter als 10 °C. Das Öl ist steif. Pumpe erwärmen!
- Es liegt ein mechanischer Fehler vor. Setzen Sie sich bitte mit unserem Kundendienst in Verbindung.

Ölaustritt aus der Welle
Tritt Öl aus der Welle aus, so muß der Simmerring im Antriebslager nachgesehen und eventuell erneuert werden. Die Konstruktion der Pumpen ermöglicht ein leichtes Auswechseln des Simmerringes gemäß der mitgelieferten Betriebsanleitung.

12.3.2 Wälzkolbenpumpen (Rootspumpen)

12.3.2.1 Allgemeine Betriebshinweise, Aufstellung und Inbetriebnahme

Die Wälzkolbenpumpen müssen exakt waagerecht stehen. Beim Befestigen der Pumpe ist darauf zu achten, daß die Pumpe nicht verspannt wird. Auch ein Verspannen des Pumpengehäuses durch die Anschlußleitungen **unbedingt vermeiden**. Jedes Verspannen gefährdet die Pumpe, da die Spalte innerhalb der Wälzkolbenpumpe nur gering sind.

Die Wälzkolbenpumpen werden über die Motorklemmleiste an das Netz angeschlossen, wobei entsprechend den VDE-Bestimmungen ein Motorschutzschalter vorzusehen ist.

Die Drehrichtung des Motors soll vor Einbau der Pumpe bei offenen Ansaug- und Druckstutzen geprüft werden. Die Antriebswelle muß von der Motorseite her gesehen gegen den Uhrzeigersinn laufen. Drehrichtungspfeil auf dem Motor beachten! Läuft die Wälzkolbenpumpe umgekehrt, so muß die Drehrichtung durch Vertauschen von zwei Phasen der Anschlußleitung am Motor geändert werden.

Die Wälzkolbenpumpe darf erst eingeschaltet werden, wenn die Vorpumpe den Vakuumbehälter auf den Einschaltdruck evakuiert hat.

Der zulässige Einschaltdruck p_E hängt vom Abstufungsverhältnis der Wälzkolbenpumpe zur Vorpumpe ab und errechnet sich, indem man die zulässige Druckdifferenz Δp_{max} durch das um 1 verminderte Kompressionsverhältnis teilt :

$$p_E = \frac{\Delta p_{max}}{k_{th} - 1} \quad \text{mit}$$

$$k_{th} = \frac{\text{theoretisches Saugvermögen der Wälzkolbenpumpe}}{\text{Nenn-Saugvermögen der Vorpumpe}}$$

Ist die Pumpe über einen Membran-Druckschalter gesichert, geschieht das Einschalten automatisch. Falls mit einer aus Wälzkolbenpumpe und Vorpumpe bestehenden Kombination stark flüchtige Substanzen, z. B. Flüssigkeiten mit niedrigem Siedepunkt, abgepumpt werden sollen, empfiehlt es sich, eine Wälzkolbenpumpe zu verwenden, die mit einer integrierten Umwegleitung und einem Ventil ausgerüstet ist, das auf einen vorher eingestellten Druck anspricht. Beispiel: Wälzkolbenpumpe RUVAC WAU / WSU.

Wälzkolbenpumpen mit Umwegleitung aus der Typenreihe RUVAC-WAU/WSU können grundsätzlich mit der Vorpumpe zusammen eingeschaltet werden. Die Umwegleitung schützt diese Wälzkolbenpumpen vor Überlastung.

12.3.2.2 Ölwechsel, Wartungsarbeiten

Bei sauberen Betriebsbedingungen wird das Öl in den Wälzkolbenpumpen nur durch natürlichen Verschleiß in den Lagern und im Getriebe beansprucht. Wir empfehlen jedoch, nach ca. 500 Betriebsstunden den ersten Ölwechsel vorzunehmen, um möglichen Abrieb, der durch das Einlaufen entstanden sein kann, zu entfernen. Sonst genügt ein Ölwechsel nach jeweils 3000 Betriebsstunden. Beim Absaugen staubhaltiger Gase oder Vorliegen anderer Verunreinigungen ist das Öl häufiger zu wechseln. Müssen die Pumpen bei hohen Umgebungstemperaturen arbeiten, sollte bei jedem Ölwechsel auch das Öl der Simmerringkammer ausgetauscht werden.

Als Pumpenöl empfehlen wir unser Spezialöl N 62.

Bei unsauberen Betriebsbedingungen können sich im Pumpenraum z. B. Staubkrusten oder ähnliches bilden. Diese Verunreinigungen setzen sich zum Teil im Förderraum und zum Teil auf den Wälzkolben

der Pumpe ab. Sie können nach Entfernen der beiden Anschlußleitungen entweder durch Ausblasen mit trockener Preßluft oder durch Auswaschen mit einem geeigneten Reinigungsmittel, z. B. Waschbenzin, entfernt werden.

Das Öl in der Wälzkolbenpumpe muß anschließend gewechselt werden. Beim Reinigen darf der Rotor nur von Hand gedreht werden, da bei motorischem Antrieb infolge der hohen Drehzahl die sich lösenden Ablagerungen die Pumpe beschädigen können.

Verunreinigungen, die sich nicht durch Auswaschen beseitigen lassen, können mechanisch mittels Drahtbürste, Metallschwamm oder Schaber entfernt werden.

Achtung!
Die gelösten Rückstände dürfen nicht im Förderraum bleiben. Nach der Reinigung Betriebsfähigkeit der Pumpe durch langsames Durchdrehen der Wälzkolben von Hand prüfen. Man darf dabei keinen Widerstand spüren. Ein Zerlegen der Wälzkolbenpumpe ist im allgemeinen nicht notwendig. Sollte dieses aber wegen zu starker Verschmutzung erforderlich werden, ist es ratsam, dieses vom Hersteller ausführen zu lassen.

12.3.2.3 Hinweise bei Betriebsstörungen

1. Pumpe wird zu warm: (maximale Betriebstemperatur 100 – 115 °C)

Mögliche Ursache:

- **Überlastung:** Zu hohe Kompressionswärme durch zu hohes Druckverhältnis. Eingestellte Druckwerte und Dichtheit des Vakuumbehälters überprüfen!
- **Falsche Spiele:** Durch Verschmutzung oder Verspannung sind die Abstände zwischen Rotoren und Gehäuse verengt.
- **Verschmutzte Lager:** Zu hoher Reibungswiderstand.
- **Falscher Ölstand:** Bei zu hohem Ölstand wird das Öl von den Zahnrädern erfaßt und führt zu Reibungswiderstand. Bei zu niedrigem Ölstand fällt die Schmierung aus.
- **Falsches Öl:** Für die Pumpe muß ein Öl Klasse SAE 30 verwendet werden.

2. Leistungsaufnahme zu hoch: Alle Faktoren, die zu erhöhter Temperatur führen, bedingen auch eine zu hohe Leistungsaufnahme. Bei zu hoher Leistungsaufnahme ohne Temperaturerhöhung der Pumpe liegt ein Defekt im Motor vor.

3. Verölung des Schöpfraumes:

Mögliche Ursache:

- **Zu hoher Ölstand:** Öl wird thermisch zu stark belastet. Ölschaum wird mitgerissen.
- **Öl mit Produkt vermischt:** Azeotrope Entgasung des Öls.
- **Pumpe undicht:** Lufteinbruch über die Ölablaß- oder Nachfüllschrauben führt zu einem starken Luftstrom und Öltransport in den Schöpfraum.

4. Anormale Laufgeräusche:

Mögliche Ursachen:

- **Verschmutzung des Kolbens**
- **Lager- oder Getriebeschaden**
- **Anlaufen der Kolben am Gehäuse**

Bei Lager- oder Getriebeschäden oder bei Anlaufen der Kolben am Gehäuse sollte die Pumpe nur vom Hersteller repariert werden.

12.3.3 Turbo-Molekularpumpen

12.3.3.1 Allgemeine Betriebshinweise

Die Turbo-Molekularpumpen sind trotz der relativ großen Spalte zwischen Pumpenrotor und Stator gegen das Eindringen von Fremdkörpern durch den Saugstutzen zu schützen. Daher sollten die Pumpen nur mit dem mitgelieferten Splitterschutz betrieben werden. Außerdem sind harte Stöße auf die laufende Pumpe und plötzliche Lageänderungen zu vermeiden.

Darüber hinaus ist vor allem bei den großen Typen mit langen Rotorflügeln ein Belüften der drehenden Pumpe auf Atmosphärendruck nur unter Beachtung der Vorschriften der Gebrauchsanweisung durchzuführen. Unter gewissen Voraussetzungen ist auch der Betrieb von Turbo-Molekularpumpen unter außergewöhnlichen Bedingungen möglich.

So darf z. B. die Turbo-Molekularpumpe im Bereich von Magnetfeldern ungeschützt zum Einsatz kommen, wenn die magnetische Induktion an der Manteloberfläche der Pumpe nicht größer als $B = 3 \cdot 10^{-3}$ T bei radialem Eintritt und $B = 15 \cdot 10^{-3}$ T bei axialem Eintritt ist.

In einer strahlenbelasteten Umgebung sind bei Dosisleistungen von 10^4 – 10^5 rad serienmäßige Turbo-Molekularpumpen ohne Gefahr einsetzbar. Treten höhere Dosisleistungen auf, so können gewisse Werkstoffe in der Pumpe modifiziert werden, um den erhöhten Belastungen standzuhalten. Die elektronischen Frequenzwandler sind in solchen Fällen außerhalb der strahlenbelasteten Zonen aufzustellen, da die in ihnen verwendeten Halbleiter nur eine Strahlendosis von ca. 10^3 rad vertragen. Eine weitere Möglichkeit bietet der Einsatz von motorischen Frequenzwandlern, die bis 10^8 rad strahlenbeständig sind.

Für den Betrieb von Turbo-Molekularpumpen sind Vorvakuumpumpen notwendig. Je nach Größe des zu evakuierenden Behälters können Turbo-Molekularpumpen und Vorpumpen gleichzeitig eingeschaltet werden. Ist jedoch die Auspumpzeit des zu evakuierenden Behälters auf ca. 1 mbar mit der vorgesehenen Vorpumpe länger als die Hochlaufzeit der Pumpe (siehe Betriebsanleitungen), so empfiehlt sich ein verzögertes Einschalten der Turbo-Molekularpumpe. Umwegleitungen sind beim Einsatz von Turbo-Molekularpumpen in Anlagen für einen Chargenbetrieb empfehlenswert, um die Hochlaufzeit der Pumpe einzusparen. Ein Öffnen des Hochvakuumventils ist bei Drücken von ca. 10^{-1} mbar ohne Gefahr möglich.

12.3.3.2 Wartung

Turbo-Molekularpumpen und Frequenzwandler sind nahezu wartungsfrei. Bei ölgeschmierten Pumpen ist in bestimmten Abständen (zwischen 1500 und 2500 Betriebsstunden je nach Typ) das Lagerschmiermittel zu wechseln. Bei fettgeschmierten Pumpen entfällt das (Lifetimeschmierung). Sollte eine Reinigung der Turbineneinheit der Pumpe notwendig werden, so kann dies vom Kunden leicht unter Beachtung der Betriebsanleitungen durchgeführt werden.

12.3.4 Diffusions- und Dampfstrahlpumpen

12.3.4.1 Treibmittelwechsel und Reinigen der Pumpe

Ein Treibmittelwechsel wird stets dann erforderlich, wenn die Pumpe das geforderte Endvakuum nicht mehr erreicht oder ihr Saugvermögen nachläßt. Die Haltbarkeit des Treibmittels beträgt in der Regel Wochen bis Monate, ja sogar Jahre, und hängt stark von den Betriebsbedingungen der Pumpe ab. Sie wird durch häufiges Pumpen bei hohen Drücken, Absaugen aggressiver Dämpfe und durch länger anhaltende Lufteinbrüche beschränkt (dies gilt nicht für Silikonöl und Quecksilber).

Bei Öl-Diffusions- und Dampfstrahlpumpen wird die Gefährdung des Treibmittels durch Lufteinbrüche bei heißer Pumpe häufig überschätzt. Bei gelegentlich auftretenden, kurzzeitigen Lufteinbrüchen bis auf Atmosphärendruck wird Silikonöl gar nicht, das Treibmittel DIFFELEN nur wenig angegriffen. Die Produkte mit erheblich höherem Dampfdruck, die durch Oxidation entstehen, werden durch die Fraktionierungs- und die Entgasungseinrichtung der Pumpe (siehe Abschnitt 3.1.1.) in kurzer Zeit wieder entfernt. Selbst wenn das ursprünglich helle Treibmittel durch Lufteinbrüche gebräunt ist, braucht es noch nicht unbrauchbar geworden zu sein; ist das Treibmittel allerdings trübe und außerdem noch zäher geworden, was nach Lufteinbrüchen, die mehrere Minuten dauern, der Fall sein kann, so ist ein Treibmittelwechsel erforderlich. Unter Umständen kann durch Crackprodukte aus dem Treibmittel auch das Öl der Vorpumpe unbrauchbar werden, so daß auch hier ein Ölwechsel vorgenommen werden muß.

Quecksilber-Diffusions- und -Dampfstrahlpumpen sind gegen Lufteinbrüche weniger empfindlich als Öl-Diffusionspumpen. Die durch Lufteinbrüche verursachte Oxidation des heißen Quecksilbers ist im Hinblick auf das Betriebsverhalten der Pumpe gegenüber dem Quecksilberverlust in die Vorpumpenleitung hinein vernachlässigbar.

Ausführung eines Treibmittelwechsels:
Das Innenteil wird aus der Pumpe herausgezogen und das verschmutzte Treibmittel ausgegossen; dann werden Innenteil und Pumpenkörper mit rückstandsfreiem Waschbenzin gereinigt. Innenteil und Pumpenkörper von Quecksilber-Pumpen sollten zuvor mit einem sauberen Pinsel, Düsenbohrungen mit einer Flaschenbürste gereinigt werden. Man achte darauf, daß alle Düsenöffnungen gut gereinigt sind! Von Vorteil ist es, in einem Trockenofen Lösungsmittelreste abzudampfen. Dann wird das Innenteil wieder eingesetzt und das frische Treibmittel durch den Vorvakuumstutzen eingefüllt. Es ist darauf zu achten, daß die obere Düsenhaube nicht mit Treibmittel benetzt wird! Nicht zuviel Treibmittel einfüllen!

12.3.4.2 Betriebsfehler bei Diffusions- und Dampfstrahlpumpen

Mögliche Fehlerquellen bei Nichterreichen des gewünschten Enddruckes:

- Kühlwassertemperatur ist zu hoch; Wasserdurchlauf ist ungenügend. Der Kühlwasserfluß soll stets durch einen Wasserströmungswächter überprüft werden, um die Pumpe vor Schaden zu schützen. Abhilfe: Austrittstemperatur des Kühlwassers messen (sie sollte 30 °C nicht überschreiten). Kühlwasserdurchfluß vergrößern. Eventuell Kühlwasserschlangen der Pumpe entkalken.
- Vorvakuumdruck ist zu hoch: Dies ist besonders dann möglich, wenn Dämpfe, die entweder abgepumpt werden oder als Crackprodukte des Treibmittels (z. B. bei Lufteinbrüchen) entstehen, in die Vorpumpe gelangen. Vorvakuumdruck bei abgetrennter Öl-Diffusionspumpe kontrollieren. Abhilfe: Vorvakuumpumpe längere Zeit mit Gasballast betreiben. Falls dies nicht ausreicht, muß das Öl der Vorpumpe gewechselt werden.
- Treibmittel der Diffusionspumpe verbraucht oder unbrauchbar: Treibmittel wechseln.
- Heizung ist falsch: Heizleistung kontrollieren, außerdem guten Wärmekontakt zwischen Heizplatte und Boden des Siedegefäßes überprüfen. Eventuell Heizung auswechseln.
- Undichtheiten, Verschmutzung:

  Abhilfe: Wenn die Pumpe durch Dämpfe verunreinigt ist, kann es helfen, wenn mit einem Dosierventil einige Zeit etwas Luft durch die Apparatur geleitet wird; hierbei sollte der Druck bei Verwendung von DIFFELEN nicht über 10^{-2} mbar steigen.
- Meßsystem gealtert oder verschmutzt (siehe Abschnitt 12.4.2)

Mögliche Fehlerquellen bei ungenügendem Saugvermögen:

- Vorvakuumdruck ist zu hoch: Vorvakuum kontrollieren, Gasballastpumpe längere Zeit mit geöffnetem Gasballastventil laufen lassen. Eventuell ist ein Ölwechsel der Vorpumpe erforderlich.
- Treibmittel der Diffusionspumpe ist unbrauchbar geworden: Treibmittelwechsel ist erforderlich.
- Düsen der Diffusionspumpe sind verstopft: Diffusionspumpe reinigen.
- Heizung ist zu schwach: Heizleistung kontrollieren, Heizplatte auf guten Wärmekontakt mit dem Boden des Siedegefäßes überprüfen.
- Im Rezipienten sind Substanzen vorhanden, die einen höheren Dampfdruck als das verwendete Treibmittel haben: Hierzu gehört z. B. Quecksilber, das besonders gefährlich ist, weil die Quecksilberdämpfe mit den Nichteisenmetallen der Öl-Diffusionspumpe Amalgame bilden und dadurch das Erreichen einwandfreier Vakua unmöglich machen.

12.3.5 Adsorptionspumpen

12.3.5.1 Verringerung der Adsorptionskapazität

Eine erhebliche Verminderung des Saugvermögens und Nichterreichen des normalerweise erreichbaren Enddrucks trotz vorhergegangener thermischer Regenerierung deutet darauf hin, daß das verwendete Zeolith durch Fremdsubstanzen verunreinigt ist. Es ist nicht sinnvoll, das verunreinigte Zeolith durch besondere thermische Prozesse wieder brauchbar machen zu wollen. Das Zeolith sollte ausgewechselt werden.

12.3.5.2 Auswechseln des Molekularsiebes

Vor dem Einfüllen des neuen Zeoliths muß die Adsorptionspumpe mit Lösungsmitteln gründlich ausgewaschen werden. Vor Inbetriebnahme der mit frischem Zeolith gefüllten Adsorptionspumpe sollte ferner die Zeolithfüllung mit Hilfe des zu der Pumpe

gehörigen Heizstabes unter Vakuum mehrere Stunden ausgeheizt werden, damit Verunreinigungen, die sich möglicherweise während der Lagerzeit angesammelt haben, entweichen können.

12.3.6 Titan-Verdampferpumpen

Jede der drei Wendeln des Titan-Verdampfers enthält ungefähr 1,2 g nutzbaren Titanvorrat. Bei einem Heizstrom von 50 A beträgt die Oberflächentemperatur etwa 1850 K, die Verdampfungsrate ungefähr 0,12 g / h, d. h. eine Wendel kann etwa 10 Stunden kontinuierlich betrieben werden. Da man bei Drücken unter $1 \cdot 10^{-6}$ mbar nicht kontinuierlich, sondern nur in Zeitabständen verdampft, die bei niedrigen Drücken (unter $5 \cdot 10^{-8}$ mbar) und geringem Gasanfall bereits das mehr als 10-fache der echten Verdampfungszeit betragen, kann bei 10^{-10} mbar Arbeitsdruck pro Wendel eine Pumpzeit von fast einem Monat erreicht werden.

Das effektive Saugvermögen einer Titanverdampferpumpe hängt von der Getterschirmfläche und der Geometrie der Ansaugöffnung ab. Das flächenbezogene Saugvermögen der Getterfläche ist abhängig von der Gasart und der Getterschirmtemperatur. Da z. B. Edelgase überhaupt nicht gepumpt werden, sollen Titanverdampferpumpen immer mit einer zusätzlichen Pumpe (Ionen-Zerstäuberpumpe, Turbo-Molekularpumpe) kombiniert werden, die diese Gasanteile abpumpt. Die Zusatzpumpe kann sehr viel kleiner als die Titanverdampferpumpe sein. Nur in wenigen Sonderfällen kann man auf die Zusatzpumpe verzichten.

Die Wahl des Kühlmittels richtet sich nach den Arbeitsbedingungen und den Anforderungen an den Enddruck. Bei hohen Drücken über $1 \cdot 10^{-6}$ mbar wird durch häufiges Verdampfen dem Getterschirm mehr Wärme zugeführt. Deshalb ist eine Flüssig-Stickstoffkühlung günstiger. Bei niedrigen Drücken kann eine Wasserkühlung ausreichend sein. Vor dem Belüften ist der Getterschirm möglichst auf Raumtemperatur zu erwärmen, sonst sammelt sich Luftfeuchtigkeit an der Oberfläche.

12.3.7 Ionen-Zerstäuberpumpen

Ionen-Zerstäuberpumpen arbeiten mit Hochspannung. Einbau und Anschluß sollen nur unter Verantwortung eines Fachmannes vorgenommen werden. Die Gebrauchsanweisung ist zu beachten!

Die Lebensdauer der Ionen-Zerstäuberpumpen hängt linear vom Betriebsdruck der Pumpe ab. Für Pumpen von LEYBOLD gilt:

$$p \cdot T = 45 \cdot 10^{-3} \text{ mbar} \cdot \text{h}$$

(p = Betriebsdruck, T = Lebensdauer)

Das heißt für einen Betriebsdruck von

10^{-3} mbar ist die Lebensdauer 45	Stunden
10^{-6} mbar ist die Lebensdauer 45.000	Stunden
10^{-9} mbar ist die Lebensdauer 45,000.000	Stunden.

Wird eine Triodenpumpe für längere Zeit nicht gebraucht, kann sie entweder bei niedrigem Druck praktisch ohne einen Einfluß auf die Lebensdauer ständig weiterlaufen oder sie wird belüftet, ausgebaut und staubdicht abgedeckt. Das Startverhalten der IZ-Pumpen (Trioden) von LEYBOLD ist so gut, daß auch nach längerer Aufbewahrungszeit bei erneuter Inbetriebnahme keine Probleme entstehen.

Bei Einbau der IZ-Pumpen achte man darauf, daß die magnetischen Streufelder nicht die Funktion von anderen Apparaturen (Ionisations-Vakuummeter, Partialdruck-Meßgerät usw.) beeinflussen. Haltevorrichtungen für die IZ-Pumpen dürfen nicht den Induktionsfluß kurzschließen und damit Luftspaltinduktion und Saugvermögen schwächen.

Ist der erreichbare Enddruck trotz einwandfrei vakuumdichter Apparatur unbefriedigend, genügt meist ein Ausheizen der angeschlossenen Apparatur auf ungefähr 200 - 250 °C. Wenn der Druck dabei auf etwa $1 \cdot 10^{-5}$ mbar ansteigt, wird die IZ-Pumpe bei Abpumpen des Gases nach 2 Stunden so heiß, daß man sie nicht zusätzlich zu heizen braucht. Man kann auch die Pumpe durch Lufteinlaß für 2 Stunden bei 10^{-5} mbar auf diese Weise erwärmen, bevor die übrige Apparatur dann anschließend ausgeheizt wird. Ist der Enddruck immer noch unbefriedigend, muß die Pumpe selbst einige Stunden bei 250 - 300 °C ausgeheizt werden (nicht höher als 350 °C!). Die Pumpe soll währenddessen unbedingt in Betrieb bleiben!

Wenn der Druck über $5 \cdot 10^{-5}$ mbar steigt, muß entweder langsamer aufgeheizt oder eine Hilfspumpe angeschlossen werden. Vor dem Belüften soll man einer heißen IZ-Pumpe Zeit lassen, zumindest bis 150 °C abzukühlen.

12.4. Hinweise zum Arbeiten mit Vakuummetern

12.4.1 Hinweise zum Einbau von Vakuummeter-Meßsystemen

Hierbei sind sowohl die äußeren Verhältnisse in der nächsten Umgebung der Vakuumapparatur als auch die Betriebsbedingungen der Apparatur maßgebend (z. B. Arbeitsdruck, Zusammensetzung des Gasinhaltes, Ausheizbedingungen insbesondere bei UHV-Apparaturen oder Dampfsterilisation bei Gefriertrocknungsanlagen). Zunächst ist darauf zu achten, ob das einzubauende Meßsystem lageempfindlich ist. Manche Meßröhren dürfen nur senkrecht mit dem Vakuumflansch oben eingebaut werden um zu verhindern, daß sich Kondensate, Metallflitter, Abrieb in der Meßröhre ansammeln oder gar Kleinteile wie kleine Schräubchen in die Röhre / das Meßsystem hineinfallen. Auch können sich heiße Glühfäden unzulässig durchbiegen und elektrische Kurzschlüsse im Meßsystem verursachen. Daraus resultiert die allgemeine Regel: **Sensoren möglichst senkrecht und unten offen einbauen**. Sehr wichtig ist es weiterhin, Meßsysteme möglichst an solchen Stellen des Vakuumsystems einzubauen. die während des Betriebes erschütterungsfrei sind.

Die Außentemperatur muß berücksichtig werden, vor allem muß vermieden werden, daß heiße Öfen oder andere intensive Strahlungsquellen für das Meßsystem eine Umgebungstemperatur erzeugen, die über der jeweils zulässigen Grenze liegt. Zu hohe Umgebungstemperaturen führen bei Wärmeleitungs-Vakuummeter-Röhren zu falschen Druckanzeigen.

12.4.2 Verschmutzung des Meßsystems und ihre Beseitigung

Die in der Vakuumtechnik zur Druckmessung verwendeten Vakuummeter arbeiten durchwegs unter unsauberen Bedingun-

gen. Dies ist verständlich, denn eine Vakuumapparatur oder -anlage dient ja nicht dazu lediglich niedrige Drücke zu erzeugen, sondern in erster Linie dazu, um bei niedrigen Drücken chemische, metallurgische oder kernphysikalische Prozesse ablaufen zu lassen. Dabei werden je nach der Art des Prozesses entweder kontinuierlich oder stoßweise zum Teil erhebliche Mengen an Gasen oder Dämpfen frei, die auf die im Vakuumsystem eingebauten, zur Druckmessung vorgesehenen Meßsysteme gelangen und durch Oberflächenreaktionen oder auch durch bloße Anlagerung die Druckmessung beträchtlich verfälschen können. Dies trifft für alle Arten von Vakuummetern zu, wobei natürlich Meßsysteme hoher Meßempfindlichkeit und Meßgenauigkeit für Verschmutzung durch die genannten Ursachen besonders anfällig sind. Man kann versuchen, durch geeignete Abschirmungen die Meßsysteme vor Verschmutzung zu schützen. Dies führt jedoch oft dazu, daß der mit dem zwar sauberen Meßsystem gemessene Druck von dem tatsächlich herrschenden Druck erheblich abweicht.

Die Verschmutzung des Meßsystems eines Vakuummeters läßt sich grundsätzlich nicht vermeiden. Man muß also dafür sorgen, daß:

- der Einfluß der Verschmutzung auf die Druckmessung möglichst gering bleibt und
- das Meßsystem sich leicht reinigen läßt.

Diese beiden Bedingungen sind bei den meisten Vakuummetern in der Praxis nicht leicht zu erfüllen.

Eine Verschmutzung bewirkt bei Kompressions-Vakuummetern eine falsche, unkontrollierbare Druckanzeige. Verschmutzte THERMOVAC-Röhren zeigen im unteren Meßbereich einen zu hohen Druck an, weil die Oberfläche des heißen Drahtes sich verändert hat. Beim Penning-Vakuummeter täuscht Verschmutzung einen viel zu niedrigen Druck vor, weil die Entladungsströme kleiner werden. Bei Ionisations-Vakuummetern mit heißer Kathode können Elektroden und Röhrenwand verschmutzt werden, was unter Umständen eine Verringerung der Isolationswiderstände zur Folge haben kann. Hier aber können die Meßsysteme meist durch Stromdurchgang oder Elektronenbombardement ausgeheizt und entgast werden, ganz abgesehen davon, daß Ionisations-Vakuummeter vielfach im Ultrahochvakuum eingesetzt werden, wo aus anderen Gründen auf saubere Verhältnisse geachtet werden muß.

12.4.3 Einfluß magnetischer und elektrischer Felder

Bei allen Meßinstrumenten, die als Meßprinzip die Ionisierungswahrscheinlichkeit von Gasmolekülen verwenden (Kaltkathoden- und Glühkathoden-Ionisations-Vakuummeter), können starke magnetische Streufelder oder elektrische Potentiale die Druckanzeige stark verändern. Bei tiefen Drücken können auch Wandpotentiale, die vom Kathodenpotential abweichen, den Ionenfängerstrom beeinflussen.

Bei Vakuum-Meßsystemen, die im Hoch- und Ultrahochvakuum eingesetzt werden, muß besonders darauf geachtet werden, daß die erforderliche hohe Isolation von Hochspannungselektroden und Ionenfängern auch während des Betriebes, ja manchmal sogar während des Ausheizens, erhalten bleibt. Isolationsfehler können sowohl in der äußeren Zuleitung als auch im Meßsystem selbst auftreten. Ist die Ionenfängerleitung nicht hinreichend isoliert, so können Kriechströme – namentlich bei niedrigen Drücken – zu hohe Druckwerte vortäuschen. Wegen der sehr geringen Ionenfängerströme muß diese Leitung besonders gut isoliert sein. Auch innerhalb der Meßröhre können Kriechströme auftreten, wenn der Ionenfänger (Kollektor) nicht wirkungsvoll gegen die übrigen Elektroden abgeschirmt ist.

Ein häufig begangener Fehler beim Anschluß von Meßröhren an das Vakuumsystem ist die Verwendung unzulässig langer und enger Verbindungsleitungen. Ihr Leitwert muß unbedingt so groß wie möglich gehalten werden. Am günstigsten verwendet man Einbaumeßsysteme. Bei Verwendung von Verbindungsleitungen geringen Leitwertes kann die Druckanzeige je nach der Sauberkeit der Meßröhren und der Verbindungsleitung entweder zu hoch oder zu niedrig sein. Hierbei sind Meßfehler um mehr als eine Größenordnung möglich! In ausheizbaren Anlagen ist dafür zu sorgen, daß auch die Verbindungsleitung ausgeheizt wird.

12.4.4 Verbindungen, Netzgeräte, Meßsysteme

Die Meßkabel (Verbindungskabel zwischen Sensor und Vakuummeter-Betriebsgerät) sind durchweg 2 m lang. Sollen, etwa beim Einbau in Schalttafeln, längere Meßkabel verwendet werden, so ist zu untersuchen, ob dadurch die Druckanzeige verfälscht werden kann. Angaben über die Verwendungsmöglichkeiten von Kabel-Überlängen können bei unserer Technischen Beratung eingeholt werden.

13 Tabellen, Formeln, Nomogramme, Diagramme, Bildzeichen

Einheit	N · m^{-2}, Pa [2]	mbar	bar	Torr
1 N · m^{-2} (= 1 Pa)	1	1 · 10^{-2}	1 · 10^{-5}	7,5 · 10^{-3}
1 mbar	100	1	1 · 10^{-3}	0,75
1 bar	1 · 10^{5}	1 · 10^{3}	1	750
1 Torr [1), 3)]	133	1,33	1,33 · 10^{-3}	1

1) Das Torr ist in die Tabelle nur deshalb aufgenommen worden, um den Übergang von dieser allgewohnten Einheit auf die gesetzlichen Einheiten N · m^{-2}, mbar und bar zu erleichtern. In Zukunft dürfen die Druckeinheiten Torr, mm-WasserSäule (mm WS), mm-Quecksilbersäule (mm Hg), % Vakuum, technische Atmosphäre (at), physikalische Atmosphäre (atm), Atmosphäre absolut (ata), Atmosphäre Überdruck (atü), Atmosphäre Unterdruck (atu) nicht mehr verwendet werden. In diesem Zusammenhang sei auf DIN 1314 verwiesen
2) Die Einheit Newton durch Quadratmeter (N · m^{-2}) wird auch mit Pascal (Pa) bezeichnet: 1 N · m^{-2} = 1 Pa
Newton pro Quadratmeter oder Pascal ist die SI-Einheit des Druckes von Fluiden
3) 1 Torr = 4/3 mbar; 3/4 Torr = 1 mbar

Tabelle 13.1: Die gesetzlichen Druckeinheiten sowie das Torr und ihre Umrechnung

Abk.	Gas	C* = λ · p (cm · mbar)
H_2	Wasserstoff	12,00 · 10^{-3}
He	Helium	18,00 · 10^{-3}
Ne	Neon	12,30 · 10^{-3}
Ar	Argon	6,40 · 10^{-3}
Kr	Krypton	4,80 · 10^{-3}
Xe	Xenon	3,60 · 10^{-3}
Hg	Quecksilber	3,05 · 10^{-3}
O_2	Sauerstoff	6,50 · 10^{-3}
N_2	Stickstoff	6,10 · 10^{-3}
HCl	Chlorwasserstoff	4,35 · 10^{-3}
CO_2	Kohlendioxid	3,95 · 10^{-3}
H_2O	Wasserdampf	3,95 · 10^{-3}
NH_3	Ammoniak	4,60 · 10^{-3}
C_2H_5OH	Äthylalkohol	2,10 · 10^{-3}
Cl_2	Chlor	3,05 · 10^{-3}
Luft	Luft	6,67 · 10^{-3}

Tabelle 13.3: Mittlere freie Weglänge λ; Werte des Produktes C aus mittlerer freier Weglänge λ und Druck p für verschiedene Gase bei 20 °C (s. auch Abb. 13.1)*

1 ↓ = ... →	mbar	Pa (N/m^2)	dyn · cm^{-2} (μbar)	atm (phys.)	Torr (mm Hg)	inch Hg	Micron (μ)	cm H_2O	kp · cm^{-2} (at tech.)	lb · in^{-2} (psi)	lb · ft^{-2}
mbar	1	10^{2}	10^{3}	9,87 · 10^{-4}	0,75	2,953 · 10^{-2}	7,5 · 10^{2}	1,02	1,02 · 10^{-3}	1,45 · 10^{-2}	2,089
Pa	10^{-2}	1	10	9,87 · 10^{-6}	7,5 · 10^{-3}	2,953 · 10^{-4}	7,5	1,02 · 10^{-2}	1,02 · 10^{-5}	1,45 · 10^{-4}	2,089 · 10^{-2}
μbar	10^{-3}	0,1	1	9,87 · 10^{-7}	7,5 · 10^{-4}	2,953 · 10^{-5}	7,5 · 10^{-1}	1,02 · 10^{-3}	1,02 · 10^{-6}	1,45 · 10^{-5}	2,089 · 10^{-3}
atm	1013	1,01 · 10^{5}	1,01 · 10^{6}	1	760	29,92	7,6 · 10^{5}	1,03 · 10^{3}	1,033	14,697	2116,4
Torr	1,33	1,33 · 10^{2}	1,33 · 10^{3}	1,316 · 10^{-3}	1	3,937 · 10^{-2}	10^{3}	1,3595	1,36 · 10^{-3}	1,934 · 10^{-2}	2,7847
in Hg	33,86	33,9 · 10^{2}	33,9 · 10^{3}	3,342 · 10^{-2}	25,4	1	2,54 · 10^{4}	34,53	3,453 · 10^{-2}	0,48115	70,731
μ	1,33 · 10^{-3}	1,33 · 10^{-1}	1,333	1,316 · 10^{-6}	10^{-3}	3,937 · 10^{-5}	1	1,36 · 10^{-3}	1,36 · 10^{-6}	1,934 · 10^{-5}	2,785 · 10^{-3}
cm H_2O	0,9807	98,07	980,7	9,678 · 10^{-4}	0,7356	2,896 · 10^{-2}	7,36 · 10^{2}	1	10^{-3}	1,422 · 10^{-2}	2,0483
at	9,81 · 10^{2}	9,81 · 10^{4}	9,81 · 10^{5}	0,968	7,36 · 10^{2}	28,96	7,36 · 10^{5}	10^{3}	1	14,22	2048,3
psi	68,95	68,95 · 10^{2}	68,95 · 10^{3}	6,804 · 10^{-2}	51,71	2,036	51,71 · 10^{3}	70,31	7,03 · 10^{-2}	1	1,44 · 10^{2}
lb · ft^{-2}	0,4788	47,88	478,8	4,725 · 10^{-4}	0, 3591	1,414 · 10^{-2}	359,1	0,488	4,88 · 10^{-4}	6,94 · 10^{-3}	1

Normalbedingungen: 0 °C und Meeresniveau also p = 1013 mbar = 760 mm Hg = 760 Torr = 1 atm
in Hg = inch of mercury = Zoll Quecksilbersäule; 1 mTorr (Millitorr) = 10^{-3} Torr = 1 μ (Micron ... μm Hg Säule)
Pound per square inch = lb · in^{-2} = lb/sqin = psi; (psig = psi gauge ... Überdruck, Manometerablesung; psia = psi absolute ... Absolutdruck)
Pound per square foot = lb/sqft = lb · ft^{-2}; kgf/sqcm^2 = kg force per square cm = kp · cm^{-2} = at; analog dazu auch: lbf/sqin = psi
1 dyn · cm^{-2} (cgs) = 1 μbar (Mikrobar) = 1 barye; 1 bar = 0,1 MPa; 1 cm WS (cm Wassersäule = g/cm^2 bei 4°C) = 1 Ger (Guericke, engl. Geryk)
atm ... physikalische Atmosphäre at ... technische Atmosphäre; 100 – (x mbar / 10,13) = y % Vakuum

Tabelle 13.2: Umrechnung von Druckeinheiten

Größe	Größengleichung	Zahlenwertgleichung	Werte für Luft und 20 °C
Wahrscheinlichste Teilchengeschwindigkeit c_w	$c_w = \sqrt{\frac{2 \cdot R \cdot T}{M}}$	$c_w = 1{,}29 \cdot 10^4 \sqrt{\frac{T}{M}}\ \frac{cm}{s}$	c_w = 410 (m/s)
Mittlere Teilchengeschwindigkeit $\bar{c}$	$\bar{c} = \sqrt{\frac{8 \cdot R \cdot T}{\pi \cdot M}}$	$\bar{c} = 1{,}46 \cdot 10^4 \sqrt{\frac{T}{M}}\ \frac{cm}{s}$	$\bar{c}$ = 464 (m/s)
Mittleres Geschwindigkeitsquadrat $\bar{c}^2$ der Teilchen	$\bar{c}^2 = \frac{3 \cdot R \cdot T}{M}$	$\bar{c}^2 = 2{,}49 \cdot 10^8\ \frac{T}{M}\ \frac{cm^2}{s^2}$	$\bar{c}^2 = 25{,}16 \cdot 10^4\ \frac{cm^2}{s^2}$
Gasdruck p der Teilchen	$p = n \cdot k \cdot T$ $p = \frac{1}{3} \cdot n \cdot m_T \cdot \bar{c}^2$ $p = \frac{1}{3} \cdot \varrho \cdot \bar{c}^2$	$p = 13{,}80 \cdot 10^{-20} \cdot n \cdot T$ (mbar)	$p = 4{,}04 \cdot 10^{-17} \cdot n$ (mbar) [gilt für alle Gase]
Teilchenanzahldichte n	$n = p/kT$	$n = 7{,}25 \cdot 10^{18} \cdot \frac{p}{T}$ (cm^{-3})	$p = 2{,}5 \cdot 10^{16} \cdot p$ (cm^{-3}) [gilt für alle Gase]
Flächenstoßrate Z_A	$Z_A = \frac{1}{4} \cdot n \cdot \bar{c}$ $Z_A = \sqrt{\frac{N_A}{2 \cdot \pi \cdot M \cdot k \cdot T}} \cdot p$	$Z_A = 2{,}63 \cdot 10^{22} \cdot \frac{p}{\sqrt{M \cdot T}} \cdot p$ (cm^{-2} s^{-1})	$Z_A = 2{,}85 \cdot 10^{20} \cdot p$ (cm^{-2} s^{-1}) [s. Abb. 13.2]
Volumenstoßrate Z_V	$Z_V = \frac{1}{2} \cdot \frac{n \cdot \bar{c}}{\lambda}$ $Z_A = \frac{1}{c^*} \sqrt{\frac{2 \cdot N_A}{\pi \cdot M \cdot k \cdot T}} \cdot p^2$	$Z_V = 5{,}27 \cdot 10^{22} \cdot \frac{p^2}{c^* \cdot \sqrt{M \cdot T}}$ (cm^{-3} s^{-}	$Z_V = 8{,}6 \cdot 10^{22} \cdot p^2$ (cm^{-3} s^{-1}) [s. Abb. 13.2]
Zustandsgleichung für ideale Gase	$p \cdot V = \nu \cdot R \cdot T$	$p \cdot V = 83{,}14 \cdot \nu \cdot T$ (mbar · ℓ)	$p \cdot V = 2{,}44 \cdot 10^4\ \nu$ (mbar · ℓ) [für alle Gase]
Flächenbezogener Massenstrom $q_{m,A}$	$q_{m,A} = Z_A \cdot m_T = \sqrt{\frac{M}{2 \cdot \pi \cdot k \cdot T \cdot N_A}} \cdot p$	$Q_{m,A} = 4{,}377 \cdot 10^{-2} \sqrt{\frac{M}{T}} \cdot p$ (g cm^{-2} s^{-1})	$q_{m,A} = 1{,}38 \cdot 10^{-2} \cdot p$ g (cm^{-2} s^{-1})

C*=λ · p in cm · mbar (s. Tabelle 13.3)
k Boltzmannkonstante in mbar · ℓ · K^{-1}
λ mittlere freie Weglänge in cm
M molare Masse in g · mol^{-1}
m_T Teilchenmasse in g
N_A Avogadro Zahl in mol^{-1}
n Teilchenanzahldichte in cm^{-3}
ν Stoffmenge in mol
p Gasdruck in mbar
R Molare Gaskonstante in mbar · ℓ · mol^{-1} K^{-1}
T thermodynamische Temperatur in K
V Volumen in ℓ

Tabelle 13.4: Zusammenstellung wichtiger gaskinetischer Formeln

Benennung alphabetisch	Formel-Zeichen	Zahlenwert und Einheit	Bemerkung
Atomare Masseneinheit	m_u	$1{,}6605 \cdot 10^{-27}$ kg	
Avogadro-Konstante	N_A	$6{,}0225 \cdot 10^{23}$ mol^{-1}	Teilchenanzahl je Mol, früher: Loschmidt'sche Zahl
Boltzmann-Konstante	k	$1{,}3805 \cdot 10^{-23}$ J · K^{-1}	
		$13{,}805 \cdot 10^{-23} \frac{\text{mbar} \cdot \ell}{\text{K}}$	
Elektronenruhmasse	m_e	$9{,}1091 \cdot 10^{-31}$ kg	
Elementarladung	e	$1{,}6021 \cdot 10^{-19}$ A · s	
Molare Gaskonstante	R	8,314 J · mol^{-1} K^{-1}	
		$= 83{,}14 \frac{\text{mbar} \cdot \ell}{\text{mol} \cdot \text{K}}$	$R = N_A \cdot k$
Molares Normvolumen		22,414 m^3 kmol^{-1}	DIN 1343; früher: Molvolumen
eines idealen Gases	V_o	22,414 ℓ · mol^{-1}	bei 0 °C und 1013 mbar
Normfallbeschleunigung	g_n	9,8066 m · s^{-2}	
Planck-Konstante	h	$6{,}6256 \cdot 10^{-34}$ J · s	
Stefan-Boltzmann-Konstante	σ	$5{,}669 \cdot 10^{-8} \frac{\text{W}}{\text{m}^2\,\text{K}^4}$	auch: Strahlungszahl, Strahlungskonstante
Spezifische Elektronenladung	$\frac{-e}{m_e}$	$-1{,}7588 \cdot 10^{11} \frac{\text{A} \cdot \text{s}}{\text{kg}}$	
Vakuum-Lichtgeschwindigkeit	c	$2{,}9979 \cdot 10^8$ m · s^{-1}	
Normdichte eines Gases	ϱ_n	kg · m^{-3}	Dichte bei ϑ = 0 °C und p_n = 1013 mbar
Normdruck	p_n	101.325 Pa = 1013 mbar	DIN 1343 (Nov. 75)
Normtemperatur	T_n	T_n = 273,15 K, ϑ = 0 °C	DIN 1343 (Nov. 75)

Tabelle 13.5: Wichtige Zahlenwerte

Maßeinheit	$\ell \cdot s^{-1}$	$m^3 \cdot h^{-1}$	$cm^3 \cdot s^{-1}$	cuft · min^{-1}
1 $\ell \cdot s^{-1}$	1	3,6	1000	2,12
1 $m^3 \cdot h^{-1}$	0,2778	1	277,8	0,589
1 $cm^3 \cdot s^{-1}$	10^{-3}	$3{,}6 \cdot 10^{-3}$	1	$2{,}1 \cdot 10^{-3}$
1 cuft · min^{-1}	0,4719	1,699	471,95	1

Tabelle 13.6: Saugvermögenseinheiten und ihre Umrechnung

1↓ = ... →	mbar · ℓ/s	kg · h^{-1} (20 °C)	kg · h^{-1} (0 °C)	cm^3/h (NTP)	cm^3/s (NTP)	Torr · ℓ/s	g/a (F12, 20 °C)	g/a (F12, 25 °C)	µ · cfm	lusec	Pa · ℓ/s	slpm
mbar · ℓ/s	1	$4{,}28 \cdot 10^{-3}$	$4{,}59 \cdot 10^{-3}$	3554	0,987	0,75	$1{,}56 \cdot 10^5$	$1{,}54 \cdot 10^5$	1593	$7{,}52 \cdot 10^2$	100	$59{,}2 \cdot 10^{-3}$
kg · h^{-1} (20 °C)	234	1	1,073	$8{,}31 \cdot 10^5$	231	175	–	–	$37{,}2 \cdot 10^4$	$1{,}75 \cdot 10^5$	$23{,}4 \cdot 10^3$	13,86
kg · h^{-1} (0 °C)	218	0,932	1	$7{,}74 \cdot 10^5$	215	163	–	–	$34{,}6 \cdot 10^4$	$1{,}63 \cdot 10^5$	$21{,}8 \cdot 10^3$	12,91
cm^3/h (NTP)	$2{,}81 \cdot 10^{-4}$	$1{,}20 \cdot 10^{-6}$	$1{,}29 \cdot 10^{-6}$	1	$2{,}78 \cdot 10^{-4}$	$2{,}11 \cdot 10^{-4}$	44	–	$44{,}7 \cdot 10^{-2}$	$2{,}11 \cdot 10^{-1}$	$2{,}81 \cdot 10^{-2}$	$1{,}66 \cdot 10^{-5}$
cm^3/s (NTP)	1,013	$4{,}33 \cdot 10^{-3}$	$4{,}65 \cdot 10^{-3}$	3600	1	0,760	$1{,}58 \cdot 10^5$	–	1611	760	101	$6 \cdot 10^{-2}$
Torr · ℓ/s	1,33	$5{,}70 \cdot 10^{-3}$	$6{,}12 \cdot 10^{-3}$	4727	1,32	1	$2{,}08 \cdot 10^5$	$2{,}05 \cdot 10^5$	2119	$1 \cdot 10^3$	133	$78{,}8 \cdot 10^{-3}$
g/a (F12, 20 °C)	$6{,}39 \cdot 10^{-6}$	–	–	$2{,}27 \cdot 10^{-2}$	$6{,}31 \cdot 10^{-6}$	$4{,}80 \cdot 10^{-6}$	1	–	$10{,}2 \cdot 10^{-3}$	$4{,}8 \cdot 10^{-3}$	$6{,}39 \cdot 10^{-4}$	$37{,}9 \cdot 10^{-8}$
g/a (F12, 25 °C)	$6{,}50 \cdot 10^{-6}$	–	–	–	–	$4{,}88 \cdot 10^{-6}$	–	1	$10{,}4 \cdot 10^{-3}$	$4{,}89 \cdot 10^{-3}$	$6{,}5 \cdot 10^{-4}$	$38{,}5 \cdot 10^{-8}$
µ · cfm	$6{,}28 \cdot 10^{-4}$	$2{,}69 \cdot 10^{-6}$	$2{,}89 \cdot 10^{-6}$	2,24	$6{,}21 \cdot 10^{-4}$	$4{,}72 \cdot 10^{-4}$	98,16	96,58	1	0,472	$6{,}28 \cdot 10^{-2}$	$37{,}2 \cdot 10^{-6}$
lusec	$1{,}33 \cdot 10^{-3}$	$5{,}70 \cdot 10^{-6}$	$6{,}12 \cdot 10^{-6}$	4,737	$1{,}32 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-3}$	208	205	2,12	1	$13{,}3 \cdot 10^{-2}$	$78{,}8 \cdot 10^{-6}$
Pa · ℓ/s	$1 \cdot 10^{-2}$	$4{,}28 \cdot 10^{-5}$	$4{,}59 \cdot 10^{-5}$	35,54	$9{,}87 \cdot 10^{-3}$	$7{,}5 \cdot 10^{-3}$	$1{,}56 \cdot 10^3$	$1{,}54 \cdot 10^3$	15,93	7,50	1	$59{,}2 \cdot 10^{-5}$
slpm	16,88	$72{,}15 \cdot 10^{-3}$	$77{,}45 \cdot 10^{-3}$	$60{,}08 \cdot 10^3$	16,67	12,69	$2{,}64 \cdot 10^6$	$2{,}60 \cdot 10^6$	$26{,}9 \cdot 10^3$	$12{,}7 \cdot 10^3$	$16{,}9 \cdot 10^2$	1

1 cm^3 (NTP) = 1 cm^3 unter Normalbedingungen (T = 273,15 K; p = 1013,25 mbar); NTP = at normal temperature and pressure (1 atm; 0 °C); R = 83,14 mbar · ℓ · mol^{-1} · K^{-1}
1 cm^3 (NTP) · h^{-1} = 1 atm · cm^3 · h^{-1} = 1 Ncm^3 · h^{-1} = 1 std cch; SI-System kohärent: 1 Pa · m^3 · s^{-1} = 10 mbar · ℓ · s^{-1}; R = 8,314 Pa · m^3 · mol^{-1} · K^{-1}; M in kg/mol
1 cm^3 (NTP) · s^{-1} = 1 sccs = 60 cm^3 (NTP) · min^{-1}; 60 sccm = 60 stdccm = 60 Ncm^3 · min^{-1}; 1 lusec = 1 ℓ · µ · s^{-1} 1 · µ = 1 micron = 10^{-3} Torr 1 lusec = 10^{-3} Torr · ℓ · s^{-1}
Frigen F 12 (CCl_2F_2) M = 120,92 g · mol^{-1}; Luft M = 28,96 g · mol^{-1} 1 sccm = 10^{-3} slpm = 10^{-3} N · ℓ · min^{-1} = 60 sccs
Achtung: Anglo-amerikanische Einheiten werden uneinheitlich abgekürzt! Beispiel: Standard cubic centimeter per minute → sccm = sccpm = std ccm = std ccpm

Tabelle 13.7a: Umrechnung von Durchfluß (Q_{pV})-Einheiten (Leckraten-Einheiten)

1↓= ... →	mbar · ℓ/s	cm^3/s **)	Torr · ℓ/s	Pa · m^3/s	g/a *)	oz/yr *)	lb/yr *)	atm · ft^3/min	µ · ℓ/s	µ · ft^3/h	µ · ft^3/min
mbar · ℓ/s	1	0,987	0,75	10^{-1}	$1{,}56 \cdot 10^5$	$5{,}5 \cdot 10^3$	$3{,}4 \cdot 10^2$	$2{,}10 \cdot 10^{-3}$	$7{,}52 \cdot 10^2$	$9{,}56 \cdot 10^4$	1593
cm^3/s **)	1,013	1	0,76	$1{,}01 \cdot 10^{-1}$	$1{,}58 \cdot 10^5$	$5{,}6 \cdot 10^3$	$3{,}44 \cdot 10^2$	$2{,}12 \cdot 10^{-3}$	760	$96{,}6 \cdot 10^3$	1614
Torr · ℓ/s	1,33	1,32	1	$1{,}33 \cdot 10^{-1}$	$2{,}08 \cdot 10^5$	$7{,}3 \cdot 10^3$	$4{,}52 \cdot 10^2$	$2{,}79 \cdot 10^{-3}$	10^3	$1{,}27 \cdot 10^5$	2119
Pa · m^3/s	10	9,9	7,5	1	$1{,}56 \cdot 10^6$	$5{,}51 \cdot 10^4$	$3{,}4 \cdot 10^3$	$2{,}09 \cdot 10^{-2}$	$7{,}5 \cdot 10^3$	$9{,}54 \cdot 10^5$	$15{,}9 \cdot 10^3$
g/a *)	$6{,}39 \cdot 10^{-6}$	$6{,}31 \cdot 10^{-6}$	$4{,}80 \cdot 10^{-6}$	$6{,}41 \cdot 10^{-7}$	1	$3{,}5 \cdot 10^{-2}$	$2{,}17 \cdot 10^{-3}$	$1{,}34 \cdot 10^{-8}$	$4{,}8 \cdot 10^{-3}$	0,612	$10{,}2 \cdot 10^{-3}$
oz/yr *)	$1{,}82 \cdot 10^{-4}$	$1{,}79 \cdot 10^{-4}$	$1{,}36 \cdot 10^{-4}$	$1{,}82 \cdot 10^{-5}$	28,33	1	$6{,}18 \cdot 10^{-2}$	$3{,}80 \cdot 10^{-7}$	0,136	17,34	0,289
lb/yr *)	$2{,}94 \cdot 10^{-3}$	$2{,}86 \cdot 10^{-3}$	$2{,}17 \cdot 10^{-3}$	$2{,}94 \cdot 10^{-4}$	$4{,}57 \cdot 10^2$	16	1	$6{,}17 \cdot 10^{-6}$	2,18	280	4,68
atm · ft^3/min	$4{,}77 \cdot 10^2$	$4{,}72 \cdot 10^2$	$3{,}58 \cdot 10^2$	47,7	$7{,}46 \cdot 10^7$	$2{,}63 \cdot 10^6$	$1{,}62 \cdot 10^5$	1	$3{,}58 \cdot 10^5$	$4{,}55 \cdot 10^7$	$7{,}60 \cdot 10^5$
µ · ℓ/s	$1{,}33 \cdot 10^{-3}$	$1{,}32 \cdot 10^{-3}$	10^{-3}	$1{,}33 \cdot 10^{-4}$	208	7,34	$4{,}52 \cdot 10^{-1}$	$2{,}79 \cdot 10^{-6}$	1	127	2,12
µ · ft^3/h	$1{,}05 \cdot 10^{-5}$	$1{,}04 \cdot 10^{-5}$	$7{,}87 \cdot 10^{-6}$	$1{,}05 \cdot 10^{-6}$	1,63	$5{,}77 \cdot 10^{-2}$	$3{,}57 \cdot 10^{-3}$	$2{,}20 \cdot 10^{-8}$	$7{,}86 \cdot 10^{-3}$	1	$1{,}67 \cdot 10^{-2}$
µ · ft^3/min	$6{,}28 \cdot 10^{-4}$	$6{,}20 \cdot 10^{-4}$	$4{,}72 \cdot 10^{-4}$	$6{,}28 \cdot 10^{-5}$	98	3,46	$2{,}14 \cdot 10^{-1}$	$1{,}32 \cdot 10^{-6}$	0,472	60	1

1 · µ · ft^3 · h^{-1} = 1,04 · 10^{-5} stsd cc per second
1 cm^3 · s^{-1} (NTP) = 1 atm · cm^3 · s^{-1} = 1 scc · s^{-1} = 1 sccss
1 atm · ft^3 · min^{-1} = 1 cfm (NTP)
1 Pa · m^3/s = 1 Pa · m^3/s (anglo-amerik.) = 10^3 Pa · ℓ/s
*) F12 (20 °C) Frigen F12 (CCl_2F_2) M = 120,92 g · mol^{-1}
1 micron cubic foot per hour = 0,0079 micron liter per second
1 micron liter per second = 0,0013 std cc per second = 1 lusec
1 micron cubic foot per minute = 1 µ · ft^3 · min^{-1} = 1 µ · cuft · min^{-1} = 1µ · cfm
1 standard cc per second = 96,600 micron cubic feet per hour
1 µ · ℓ · s^{-1} = 127 µ · ft^3 · h^{-1} = 0,0013 std cc per second = 1 lusec
**) (NTP) normal temperature and pressure 1 atm und 0 °C
1 kg = 2,2046 pounds (lb)
1 cubic foot (cfut, cf) = 28, 3168 dm^3
1 lb = 16 ounces (oz)
1 lusec = 1 µ · ℓ · s^{-1}
1 std cc/sec = 760 µ · ℓ · s^{-1}

Tabelle 13.7b: Umrechnung von Durchfluß (Q_{pV})-Einheiten (Leckraten-Einheiten)

Tabellen, Formeln, Diagramme

Bestandteil	Gew. Prozente	Volumen-Prozente	Partialdruck mbar
N_2	75,51	78,1	792
O_2	23,01	20,93	212
Ar	1,29	0,93	9,47
CO_2	0,04	0,03	0,31
Ne	$1{,}2 \cdot 10^{-3}$	$1{,}8 \cdot 10^{-3}$	$1{,}9 \cdot 10^{-2}$
He	$7 \cdot 10^{-5}$	$7 \cdot 10^{-5}$	$5{,}3 \cdot 10^{-3}$
CH_4	$2 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-3}$
Kr	$3 \cdot 10^{-4}$	$1{,}1 \cdot 10^{-4}$	$1{,}1 \cdot 10^{-3}$
N_2O	$6 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-4}$
H_2	$5 \cdot 10^{-6}$	$5 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-4}$
Xe	$4 \cdot 10^{-5}$	$8{,}7 \cdot 10^{-6}$	$9 \cdot 10^{-5}$
O_3	$9 \cdot 10^{-6}$	$7 \cdot 10^{-6}$	$7 \cdot 10^{-5}$
	Σ 100%	Σ 100%	Σ 1013
50% RH bei 20 °C	1,6	1,15	11,7

Hinweis: Bei der Zusammensetzung der Luft-Atmosphäre wird die relative Feuchtigkeit (RH) unter Angabe der Temperatur gesondert aufgeführt. Der am Barometer abgelesene Luftdruck beträgt bei der angegebenen relativen Feuchtigkeit und Temperatur somit 1024 mbar

Tabelle 13.8: Zusammensetzung der atmosphärischen Luft

		Grobvakuum	Feinvakuum	Hochvakuum	Ultrahochvakuum
Druck	p (mbar)	1013 – 1	$1 - 10^{-3}$	$10^{-3} - 10^{-7}$	$< 10^{-7}$
Teilchenanzahldichte	n (cm^{-3})	$10^{19} - 10^{16}$	$10^{16} - 10^{13}$	$10^{13} - 10^{9}$	$< 10^{9}$
Mittlere freie Weglänge	λ (cm)	$< 10^{-2}$	$10^{-2} - 10$	$10 - 10^{5}$	$> 10^{5}$
Flächenstoßrate	Z_A ($cm^{-1} \cdot s^{-1}$)	$10^{23} - 10^{20}$	$10^{20} - 10^{17}$	$10^{17} - 10^{13}$	$< 10^{13}$
Volumenstoßrate	Z_V ($cm^{-3} \cdot s^{-1}$)	$10^{29} - 10^{23}$	$10^{23} - 10^{17}$	$10^{17} - 10^{9}$	$< 10^{9}$
Bedeckungszeit	τ (s)	$< 10^{-5}$	$10^{-5} - 10^{-2}$	$10^{-2} - 100$	> 100
Art der Gasströmung		Strömungskontinuum (viskose Strömung)	Knudsen-Strömung	Molekular-Strömung	Molekular-Strömung
Weitere besondere Eigenschaften		Konvektion druckabhängig	stärkere Änderung der Wärmeleitfähigkeit des Gases	starke Abnahme der Volumenstoßrate	Teilchen auf den Oberflächen überwiegen bei weitem gegenüber den Teilchen im Gasraum

Tabelle 13.9: Druckbereiche der Vakuumtechnik und ihre Charakteristik (Zahlenangaben auf volle Zehnerpotenzen abgerundet)

bei Raumtemperatur									
Richtwerte [1] ($mbar \cdot \ell \cdot s^{-1}\ cm^{-2}$)			Metalle $10^{-9} \ldots \cdot 10^{-7}$				Nichtmetalle $10^{-7} \ldots \cdot 10^{-5}$		
Abgegebene Gasmenge (Richtwerte) nach einer Meßzeit von									
Beispiele:	½ Std.	1 Std.	3 Std.	5 Std.	Beispiele:	½ Std.	1 Std.	3 Std.	5 Std.
Ag	$1{,}5 \cdot 10^{-8}$	$1{,}1 \cdot 10^{-8}$	$2 \cdot 10^{-9}$		Silikon	$1{,}5 \cdot 10^{-5}$	$8 \cdot 10^{-6}$	$3{,}5 \cdot 10^{-6}$	$1{,}5 \cdot 10^{-6}$
Al	$2 \cdot 10^{-8}$	$6 \cdot 10^{-9}$			Perbunan	$4 \cdot 10^{-6}$	$3 \cdot 10^{-6}$	$1{,}5 \cdot 10^{-6}$	$1 \cdot 10^{-6}$
Cu	$4 \cdot 10^{-8}$	$2 \cdot 10^{-8}$	$6 \cdot 10^{-9}$	$3{,}5 \cdot 10^{-9}$	Acrylglas	$1{,}5 \cdot 10^{-6}$	$1{,}2 \cdot 10^{-6}$	$8 \cdot 10^{-7}$	$5 \cdot 10^{-7}$
Nichtrostender Stahl		$9 \cdot 10^{-8}$	$3{,}5 \cdot 10^{-8}$	$2{,}5 \cdot 10^{-8}$	VITILAN	$7 \cdot 10^{-7}$	$4 \cdot 10^{-7}$	$2 \cdot 10^{-7}$	$1{,}5 \cdot 10^{-7}$

[1] Alle Werte sind stark von der Vorbehandlung abhängig!

Tabelle 13.10: Gasabgabe von Werkstoffen in $mbar \cdot \ell \cdot s^{-1} \cdot cm^{-2}$

Nennweite (DN) [1]			∅ Innen (mm)
Reihe	R5	R10	
	10		10
	16		16
		20	21
	25		24
		32	34
	40		41
		50	51
	63		70
		80	83
	100		102
		125	127
	160		153
		200	213
	250		261
		320	318
	400		400
		500	501
	630		651
		800	800
	1000		1000

[1] „Die Nennweiten entsprechen annähernd den lichten Durchmessern der Rohrleitungsteile" (DIN 2402 – Feb. 1976). Die linke Nennweitenreihe wird bevorzugt verwendet

Tabelle 13.11: Nennweiten und Innendurchmesser (lichte Weiten) von Rohren und Öffnungen mit Kreisquerschnitt (nach PNEUROP)

Lösungsmittel	Relative Molekülmasse	Dichte g/cm³ (20 °C)	Schmelz-Punkt °C	Siede-Punkt °C	Maximale Arbeitsplatz-Konzentration (MAK) cm³/m³
Äthylalkohol	46	0,7967	–114,5	78	1000
Azeton	58	0,798		56	
Benzin (leicht)		0,68 ... 0,72		> 100	
Benzol (Lösung)	78	0,8788	5,49	80,2	25
Chloroform	119,4	1,48	– 63,5	61	50
Diäthyläther	74	0,713	– 116,4	34,6	400
Hexan	86	0,66	– 93,5	71	500
Isopropanol	60,1	0,785	– 89,5	82,4	400
Methanol	32	0,795	– 97,9	64,7	200 (giftig!)
Methylenchlorid	85	1,328		41	
Nitromethan	61	1,138	– 29,2	101,75	100
Petroläther	Gemisch	0,64	–	40 ... 60	
Tetrachlor-Kohlenstoff	153,8	1,592	– 22,9	76,7	25
Trichloräthylen („Tri")	131,4	1,47		55	
Wasser	18,02	0,998	0,00	100,0	–

Tabelle 13.12: Die wichtigsten Daten (Kennzahlen) für gebräuchliche Lösungsmittel

t °C	p_s mbar	ϱ_D g/m³	t °C	p_s mbar	ϱ_D g/m³	t °C	p_s mbar	ϱ_D g/m³	t °C	p_s mbar	ϱ_D g/m³
– 100	$1.403 \cdot 10^{-5}$	$1.756 \cdot 10^{-5}$	– 35	0.2233	0.2032	30	42.43	30.38	95	845.3	504.5
– 99	1.719	2.139	– 34	0.2488	0.2254	31	44.93	32.07	96	876.9	522.1
– 98	2.101	2.599	– 33	0.2769	0.2498	32	47.55	33.83	97	909.4	540.3
– 97	2.561	3.150	– 32	0.3079	0.2767	33	50.31	35.68	98	943.0	558.9
– 96	3.117	3.812	– 31	0.3421	0.3061	34	53.20	37.61	99	977.6	578.1
– 95	$3.784 \cdot 10^{-5}$	$4.602 \cdot 10^{-5}$	– 30	0.3798	0.3385	35	56.24	39.63	100	1013.2	597.8
– 94	4.584	5.544	– 29	0.4213	0.3739	36	59.42	41.75	101	1050	618.0
– 93	5.542	6.665	– 28	0.4669	0.4127	37	62.76	43.96	102	1088	638.8
– 92	6.685	7.996	– 27	0.5170	0.4551	38	66.26	46.26	103	1127	660.2
– 91	8.049	9.574	– 26	0.5720	0.5015	39	69.93	48.67	104	1167	682.2
– 90	$9.672 \cdot 10^{-5}$	$11.44 \cdot 10^{-5}$	– 25	0.6323	0.5521	40	73.78	51.19	105	1208	704.7
– 89	11.60	13.65	– 24	0.6985	0.6075	41	77.80	53.82	106	1250	727.8
– 88	13.88	16.24	– 23	0.7709	0.6678	42	82.02	56.56	107	1294	751.6
– 87	16.58	19.30	– 22	0.8502	0.7336	43	86.42	59.41	108	1339	776.0
– 86	19.77	22.89	– 21	0.9370	0.8053	44	91.03	62.39	109	1385	801.0
– 85	$23.53 \cdot 10^{-5}$	$27.10 \cdot 10^{-5}$	– 20	1.032	0.8835	45	95.86	65.50	110	1433	826.7
– 84	27.96	32.03	– 19	1.135	0.9678	46	100.9	68.73	111	1481	853.0
– 83	33.16	37.78	– 18	1.248	1.060	47	106.2	72.10	112	1532	880.0
– 82	39.25	44.49	– 17	1.371	1.160	48	111.7	75.61	113	1583	907.7
– 81	46.38	52.30	– 16	1.506	1.269	49	117.4	79.26	114	1636	936.1
– 80	$0.5473 \cdot 10^{-3}$	$0.6138 \cdot 10^{-3}$	– 15	1.652	1.387	50	123.4	83.06	115	1691	965.2
– 79	0.6444	0.7191	– 14	1.811	1.515	51	129.7	87.01	116	1746	995.0
– 78	0.7577	0.8413	– 13	1.984	1.653	52	136.2	91.12	117	1804	1026
– 77	0.8894	0.9824	– 12	2.172	1.803	53	143.0	95.39	118	1863	1057
– 76	1.042	1.145	– 11	2.376	1.964	54	150.1	99.83	119	1923	1089
– 75	$1.220 \cdot 10^{-3}$	$1.334 \cdot 10^{-3}$	– 10	2.597	2.139	55	157.5	104.4	120	1985	1122
– 74	1.425	1.550	– 9	2.837	2.328	56	165.2	109.2	121	2049	1156
– 73	1.662	1.799	– 8	3.097	2.532	57	173.2	114.2	122	2114	1190
– 72	1.936	2.085	– 7	3.379	2.752	58	181.5	119.4	123	2182	1225
– 71	2.252	2.414	– 6	3.685	2.990	59	190.2	124.7	124	2250	1262
– 70	$2.615 \cdot 10^{-3}$	$2.789 \cdot 10^{-3}$	– 5	4.015	3.246	60	199.2	130.2	125	2321	1299
– 69	3.032	3.218	– 4	4.372	3.521	61	208.6	135.9	126	2393	1337
– 68	3.511	3.708	– 3	4.757	3.817	62	218.4	141.9	127	2467	1375
– 67	4.060	4.267	– 2	5.173	4.136	63	228.5	148.1	128	2543	1415
– 66	4.688	4.903	– 1	5.623	4.479	64	293.1	154.5	129	2621	1456
– 65	$5.406 \cdot 10^{-3}$	$5.627 \cdot 10^{-3}$	0	6.108	4.847	65	250.1	161.2	130	2701	1497
– 64	6.225	6.449	1	6.566	5.192	66	261.5	168.1	131	2783	1540
– 63	7.159	7.381	2	7.055	5.559	67	273.3	175.2	132	2867	1583
– 62	8.223	8.438	3	7.575	5.947	68	285.6	182.6	133	2953	1627
– 61	9.432	9.633	4	8.129	6.360	69	298.4	190.2	134	3041	1673
– 60	$10.80 \cdot 10^{-3}$	$10.98 \cdot 10^{-3}$	5	8.719	6.797	70	311.6	198.1	135	3131	1719
– 59	12.36	12.51	6	9.347	7.260	71	325.3	206.3	136	3223	1767
– 58	14.13	14.23	7	10.01	7.750	72	339.6	214.7	137	3317	1815
– 57	16.12	16.16	8	10.72	8.270	73	354.3	223.5	138	3414	1865
– 56	18.38	18.34	9	11.47	8.819	74	369.6	232.5	139	3512	1915
– 55	$20.92 \cdot 10^{-3}$	$20.78 \cdot 10^{-3}$	10	12.27	9.399	75	385.5	241.8	140	3614	1967
– 54	23.80	23.53	11	13.12	10.01	76	401.9	251.5			
– 53	27.03	26.60	12	14.02	10.66	77	418.9	261.4			
– 52	30.67	30.05	13	14.97	11.35	78	436.5	271.7			
– 51	34.76	33.90	14	15.98	12.07	79	454.7	282.3			
– 50	$39.35 \cdot 10^{-3}$	$38.21 \cdot 10^{-3}$	15	17.04	12.83	80	473.6	293.3			
– 49	44.49	43.01	16	18.17	13.63	81	493.1	304.6			
– 48	50.26	48.37	17	19.37	14.48	82	513.3	316.3			
– 47	56.71	54.33	18	20.63	15.37	83	534.2	328.3			
– 46	63.93	60.98	19	21.96	16.31	84	555.7	340.7			
– 45	$71.98 \cdot 10^{-3}$	$68.36 \cdot 10^{-3}$	20	23.37	17.30	85	578.0	353.5			
– 44	80.97	76.56	21	24.86	18.34	86	601.0	366.6			
– 43	90.98	85.65	22	26.43	19.43	87	624.9	380.2			
– 42	102.1	95.70	23	28.09	20.58	88	649.5	394.2			
– 41	$114.5 \cdot 10^{-3}$	$106.9 \cdot 10^{-3}$	24	29.83	21.78	89	674.9	408.6			
– 40	0.1283	0.1192	25	31.67	23.05	90	701.1	423.5			
– 39	0.1436	0.1329	26	33.61	24.38	91	728.2	438.8			
– 38	0.1606	0.1480	27	35.65	25.78	92	756.1	454.5			
– 37	0.1794	0.1646	28	37.80	27.24	93	784.9	470.7			
– 36	0.2002	0.1829	29	40.06	28.78	94	814.6	487.4			

Tabelle 13.13: Sättigungsdampfdruck p_s und Dampfdichte ϱ_D von Wasser im Temperaturbereich – 100 °C + 140 °C

(Quellen: Smithsonian Meteorological Tables 6th. ed. (1971) und VDI-Wasserdampftafeln 6. Ausgabe (1963))

Tabellen, Formeln, Diagramme

Gruppe A		Gruppe B		Gruppe C	
Methan	c	Ethylen	c	Wasserstoff	c
Ethan	c	Buta-1,3-dien	c	Acetylen	c
Propan	c	Acrylonitril	c	Kohlenstoffdisulfid	c
Butan	c	Wasserstoffcyanid	a		
Pentan	c	Diethylether (s)	c		
Hexan	c	Ethylenoxid	c		
Heptan	c	1.4 Dioxan	a		
Octan	a	Tetrahydrofuran	a		
Cyclohexan	c	Tetrafluoroethylen	a		
Propylen	a				
Styren (s)	b				
Benzol (s)	c				
Toluol (s)	–				
Xylen	a				
Naphtalen	–				
Methanol (s)	c				
Ethanol (s)	c				
Propylalkohol	c				
Butylalkohol	a				
Phenol	–				
Acetaldehyd	a				
Aceton (s)	c				
Methylethylketon (s)	c				
Ethylacetat (s)	a				
Butylacetat (s)	c				
Amylacetat (s)	–				
Ethylmethacrylat	–				
Essigsäure	b				
Methylchlorid (s)	a				
Methylenchlorid (s) (Dichlormethan)	–				
Ammoniak	a				
Acetonnitril	a				
Anilin	–				
Pyridin	–				

Legende	Gruppe A	Gruppe B	Gruppe C
MESG [1]	> 0.9 mm	0.5 ... 0.9 mm	< 0.5 mm
MIC [2]-ratio	> 0.8 mm	0.45 ... 0.8 mm	< 0.45 mm

[1] **M**inimum **E**lectrical **S**park **G**ap
[2] **M**inimum **I**gnition **C**urrent

Das Verhältnis bezieht sich auf den MIC-Wert für Labor-Methan.

Gruppenzuordnung:
a – gemäß MESG-Wert
b – gemäß MIC-Verhältnis
c – gemäß MESG-Wert und MIC-Verhältnis
s – Lösungsmittel

Tabelle 13.14: Explosionsklassen von Fluiden: Klassifikation von Fluiden gemäß deren MESG [1] und/oder deren MIC [2] Werten. (Auszug aus: European Standard EN 50.014)

Tabellen, Formeln, Diagramme

x = beständig
– = bedingt beständig
o = unbeständig

Medium	Perbunan (NBR)	Neopren (CR)	Silikonkautschuk	Viton (FKM), (FPM)	Teflon (PTFE)	EPDM
Acetaldehyd	o	o	o	o	x	x
Acetessigester				o	x	–
Aceton	o	–		o	x	x
Aceto-phenon	o				x	x
Acetylen	x	–			x	x
Acrylnitril			–	o	x	
Acrylsäureäthylester					x	
Äthan	x	–	o	x	x	o
Ätherische Öle	o	o	–		x	o
Äthylacetat	o	o	o	o	x	o
Äthylacrylat				o	x	
Äthyläther	o	o		o	x	–
Äthylalkohol, rein	–	–		–	x	x
Äthylalkohol, denaturiert	–	–		–	x	
Äthylchlorid	x	–	o		x	–
Äthylenbromid	o	o			x	
Äthylenchlorid					x	–
Äthylendichlorid	o	o		–	x	
Äthylenglykol	x	x	o	x	x	x
Äthylsilikat	x	x			x	
Ameisensäure	–	–			x	–
Ameisensäure-Methylester	o	–	–		x	
Ammoniak, wässrig	x	x	–	–	x	x
Ammoniak, gasförmig	x	x		o	x	
Amylacetat	o	o		o	x	x
Amylalkohol	–	–	o	o	x	x
Anilin	o	o	x		x	x
Anthrazenöl	o	o	x		x	
Apfelsinenöl	o	o		x	x	
ASTM-Öl Nr. 1	x	x	x	x	x	o
ASTM-Öl Nr. 2	x	x	x	x	x	o
ASTM-Öl Nr. 3	–	–	–	o	x	o
Baumwollsaatöl	x	–		x	x	–
Benzin	x	–	o		x	o
Benzin-Alkohol 3:1	–		o	x	x	
Benzin-Benzol 4:1	x	o	o	x	x	o
Benzin-Benzol 7:3	o	o	o	x	x	o
Benzin-Benzol 3:2	o	o	o	x	x	o
Benzin-Benzol 1:1	o	o	o	x	x	o
Benzin-Benzol 3:7	o	o	o	x	x	
Benzin-Benzol-Spiritus 5:3:2	o	o	o		x	o
Benzaldehyd 100%					x	x
Benzoesäure					x	x
Benzol	o	o		x	x	o
Bitumen					x	
Blausäure	–	–	x		x	
Bortrifluorid	x	x			x	
Brom	o	o		x	x	
Bromwasserstoff					x	
Bromwasserstoffsäure	o	o			x	x
Butadien					x	o
Butan	x	–		x	x	o
Butylacetat	o	o	o		x	–
Butylglykol	x	x			x	
Butylalkohol	–	x	–	o	x	x
Butylaldehyd	o	o		x	x	–
Chlor, trocken					x	x
Chlor, naß	o	o		x	x	x
Chlorwasser	–	x		o	x	x
Chlorbrommethan		o			x	–
Chlorierte Lösungsmittel		o			x	
Chlorbenzol	o	o	o		x	o
Chloressigsäure	o	o		o	x	x
Chlormethyl	o	–		x	x	o
Chloroform (Trichlormethan)	o	o		x	x	o
Citrusöle	o	o			x	
Cyclohexan	x			x	x	o
Cyclohexanon	o	o	o		x	o
Cyclohexylamin					x	o
Dekalin	x				x	o
Desmodur T	o	o			x	o
Desmophen 2000	x				x	
Diäthyläther	o	–	o		x	o
Diäthylamin	–	o			x	x
Diäthylenglykol	x	x			x	x
Diäthylsebazat	o	o			x	–
Dibenzyläther	o	o			x	–
Dibutylphthalat	o	o	x	o	x	x
Dichloräthylen					x	
Dichloräthan			x	x	x	o
Dichlorbenzol	o	o			x	o
Dichlorbutylen	x				x	o
Dieselöl	o	–		x	x	o
Diisopropylketon		o			x	x
Dimethyläther	o				x	x
Dimethylanilin	o	o			x	
Dimethylformamid (BMF)	o	o		o	x	–
Dioctylphthalat	o	o	x		x	–
Dioxan	o	o			x	–
Diphenyl	o	o	–	x	x	o
Diphenyloxyd		o			x	x
Edenol 888				x	x	
Eisessigbromwasserstoff	x				x	
Erdgas	–	x	–	x	x	–
Erdöl		–		x	x	o
Essigsäureäthylester	o			o	x	x
(Essigester)						
Essigsäureanhydrid	–	x			x	x
Essigsäure, techn.		x			x	
Essigsäure 20%		x			x	x
Essigsäure 50%	o	x			x	x
Essigsäure 80%	o	o			x	
Essigsäure, konzentriert (Eisessig)	–	o	–	o	x	–
Essigsäuredämpfe	x	x		–	x	
Fettalkohol	x	x	x		x	–
Fettsäuren	–	–			x	
Fichtenöl	x	o			x	
Fischtran	o			x	x	–
Fluorbenzol	x	o			x	o
Flußsäure, kalt 5%	x	x		x		
Flußsäure, kalt konzentriert	–	x				–
Formaldehyd	x	–	x		x	x
Formalin 55%	x	x			x	x
Frigen 11	x	x		o	x	
Frigen 12	x	x		–	x	–
Frigen 22	o	x		o	x	x
Frigen 113	x	x		x	x	
Furan	o	o			x	o
Furfurol	o	o	o	o	x	
Gasöl	x	–		x	x	o
Generatorgas	x	–	x		x	
Glykol	x	x	x	x	x	x
Glyzerin	x	x	x	x	x	x
Grubengas	x	x		x	x	–
Halowaxöl	o	o			x	
Heizöl Erdölbasis	x	–		x	x	o
Heizöl Stein-/Braunkohlenbasis	o	o		x	x	
Heptan	x	–	o	x	x	o
Hexaldehyd	o	o			x	x
Hexan	x	–	o	x	x	o
Hochofengas	x	x	x		x	–
Holzöl		–			x	
Hydraulikflüssigkeiten						
Hydrauliköle DIN 51524	x	–	–	x	x	o
Phosphorsäureester HFD	o	o	o		x	
Polyglykol-Wasser HFC	x	–	x	x	x	x
Isobutylakohol	–	x			x	x
Isopropylacetat	o	o			x	–
Isopropyläther		o			x	
Isopropylalkohol	–	x			x	x
Isopropylchlorid	o	o			x	o
Karbolineum	o	o	x	x	x	o
Karbolsäure, Phenol	o	o	–	–	x	–
Kerosin	–	–		x	x	
Kohlendioxyd, trocken	x	x	x		x	x
Kohlendioxyd, naß	x	x	x		x	
Kokosfettsäure	–	o	–		x	
Koksofengas	o	o			x	o
Kresol				x	x	o
Lachgas	x				x	x
Leuchtgas	–	–		x	x	o
Luft, rein	x	x	x	x	x	x
Luft, ölhaltig	x	x	x	x	x	o
Maleinhydrid					x	
Methan	x	–			x	–
Methyläthylketon	o	o			x	–
Methylalkohol (Methanol)	–	–	x	o	x	x
Methylenchlorid	o	o		o	x	o
Methylisobutylketon	o			o	x	–
Methylmethacrylat	o	o		o	x	o
Methylacrylat				o	x	o
Methylsalicylat	o	o			x	–
Monobrombenzol	o	o			x	o
Naphtalin	o	o			x	o
Nitrobenzol	o	o		o	x	o
Ölsäure	x			x	x	o
Ozon	o	–	x	x	x	x
Palmölfettsäure	–	o	x		x	
Palmitinsäure	x	x			x	o
Paraffin	x	x	x		x	o
Paraffinöl	x	x			x	o
Pentachlordiphenyl	o		x		x	o
Pentan	x	x	o	x	x	o
Perchloräthylen	o	o		x	x	o
Petroleum	x	–		x	x	o
Phenol	o	o	x	x	x	o
Phenyläthyläther	o	o			x	o
Phosphortrichlorid	o	–			x	x
Phthalsäureanhydrid	x	x	x		x	
Piperidin	o	o			x	
Polyglykol	x				x	
Propylenoxyd	o				x	–
Propan, gasförmig	x	x	x	x	x	
Propylalkohol		x		x	x	x
Pyridin				o	x	–
Pydraul F-9	o	o	x	x	x	
Pydraul AC	o		x	x	x	
Pydraul A 150	o		x		x	
Pydraul A 200	o		x	x	x	
Quecksilber	x	x			x	x
Salicylsäure	x	x			x	x
Sauerstoff	x	x		x	x	
Schwefel	–	x	x	x	x	x
Schwefeldioxyd	o	o	x		x	x
Schwefelkohlenstoff	o	o	–	x	x	o
Schwefeltrioxyd trocken	o	–		x	x	–
Schwefelwasserstoff			x	x	x	x
Skydrol 500			x	o	x	x
Skydrol 7000			x		x	x
Stearinsäure	–				x	x
Styrol	o	o		x	x	o
Teeröl	o				x	o
Terpentin	–	–		x	x	o
Terpentinöl, rein	x			x	x	o
Tetrachloräthylen				x	x	o
Tetrachlorkohlenstoff	o	o	o	x	x	o
Tetrahydrofuran	o	o			x	o
Tetralin	o	o	o		x	o
Toluol	o	o	o	x	x	o
Trafoöl	x	x		x	x	o
Triäthanolamin	o	o			x	–
Tributoxyäthylphosphat	o	o			x	o
Tributylphosphat	o	o		o	x	o
Trichloräthan	o	o		x	x	
Trichloräthylen	o	o		x	x	o
Trichloräthylphosphat 20	–	x			x	
Trichloräthylphosphat 80	o	x			x	
Trichloressigsäure 60				x	x	–
Trikresylphosphat	o		x	x	x	–
Vinylacetat	o		o		x	
Vinylacetat-Essigsäure 3:2	o	–	o	o	x	
Vinylchlorid, flüssig			x	x	x	
Wasser 50	x	x	x	x	x	
Wasser 100	x	–	x	x	x	
Wasserstoffgas 20	x	x	–		x	
Xylamon	o	o	x		x	o
Xylol	o	o	o	x	x	o

Tabelle 13.15: Chemische Beständigkeit gebräuchlicher gummielastischer Dichtungswerkstoffe

Tabellen, Formeln, Diagramme

Anwendungsdaten	Spezialöl N62	Weissöl NC2	PROTELEN	SHC 224	ANDEROL® 555 [5]
Öltyp	Paraffinbasisches Mineralöl, Kernfraktion, frei von Additiven	Medizinisches, hochreines Weißöl, Paraffinbasisch, Kernfraktion, frei von Additiven, Schwefel und Aromaten	Gemischtbasisches Mineralöl, basisch vorgespannt	Polyalfaolefin PAO	Diesteröl
Beispiele für Anwendungsgebiete und Prozessmedien	Standardöl Bei Anfall von Luft, chemisch inerten Permanentgasen (z.B. Edelgase), Wasserstoff H_2, Wasserdampf, Lösemitteldämpfe	Bei geringem Anfall von chemisch reaktiven Substanzen wie Halogenen (z.B. Brom Br_2, Iod I_2), Halogenwasserstoffsäuren (z.B. Hydrogenchlorid HCl, Hydrogenbromid HBr), halogenierte Kohlenwasserstoffe (z.B. Brommethan CH_3Br, Trichlormethan $CHCl_3$), Lewis-Säuren (z.B. Aluminiumchlorid $AlCl_3$, Titantetrachlorid $TiCl_4$), Essigsäure CH_3COOH	Bei Anfall von korrosiven Verunreinigungen im Gas, Säuredämpfe (z.B. Schwefelsäure H_2SO_4), organische Säurechloride (z.B. Acetylchlorid CH_3COCl)	Kaltstart bei niedrigen Temperaturen möglich. Abpumpen von chemisch inerten Permanentgasen (z.B. Edelgase), Wasserdampf und geringen Mengen Kältemittel R 717 (Ammoniak NH_3)	Einsatz bei erhöhten Temperaturen. Abpumpen von Luft, chemisch inerten Permanentgasen (z.B. Edelgase), Wasserstoff H_2, Kohlendioxid CO_2, Kohlenmonoxid CO, Aliphate (z.B. Methan CH_4, Propan C_3H_8, Ethylen C_2H_4), organische Lösemitteldämpfe
Anmerkungen	Unsere Katalog Enddruck-Angaben beziehen sich (außer bei den DOT- und PFPE-Pumpen) auf den Betrieb mit N62 Standzeit kann durch Einsatz eines Ölfilters verlängert werden	Bei Anfall der o.g. Prozessmedien ist Feuchtigkeit zu vermeiden Standzeit kann durch Einsatz eines Ölfilters verlängert werden	Bei Anfall der o.g. Prozessmedien ist Feuchtigkeit zu vermeiden Keinen Chemischen Ölfilter verwenden Stillstandskorrosion vermeiden	Standzeit kann durch Einsatz eines Ölfilters verlängert werden Geeignet für die Pumpen D 4 B bis D 25 B und D 2,5 E	Keine anorganischen Säuren (z.B. HCl, H_2SO_4) und Basen (z.B. NaOH, NH_3) abpumpen
Elastomerverträglichkeit **FPM (Viton)** **NBR (Perbunan) [3]** **EPDM**	 Geeignet Bedingt geeignet Nicht geeignet	 Geeignet Bedingt geeignet Nicht geeignet	 Geeignet Bedingt geeignet Nicht geeignet	 Geeignet Bedingt geeignet Nicht geeignet	 Geeignet Bedingt geeignet Nicht geeignet
Technische Daten					
Viskosität **bei 40 °C** mm²/s **bei 100 °C** mm²/s	 90 10	 90 10	 140 11	 29 5,6	 94 9
Flammpunkt °C	> 255	> 260	250	230	250
Dampfdruck **bei 20 °C** mbar **bei 100 °C** mbar	 $< 1 \cdot 10^{-5}$ $< 3 \cdot 10^{-3}$	 $< 1 \cdot 10^{-5}$ $< 1 \cdot 10^{-3}$	 $4 \cdot 10^{-4}$ [2] $1 \cdot 10^{-2}$	 $< 1 \cdot 10^{-5}$ $8 \cdot 10^{-3}$	 $7 \cdot 10^{-5}$ $1{,}5 \cdot 10^{-3}$
Dichte bei 15 °C g/mℓ	0,88 [1]	0,87 [1]	0,90	0,83	0,96
Pourpoint °C	< - 9	< - 15	- 30	< - 55	- 42
Mittleres Molekulargewicht g/mol	550	530	450	476	530

Bitte beachten Sie, daß die genannten Technischen Daten typische Kenndaten sind. Geringe Schwankungen sind chargenbedingt.
Die hier genannten Technischen Daten stellen keine Zusicherung von Eigenschaften dar

[1] bei 20 °C
[2] bei 60 °C
[3] Die Schmierstoff-Beständigkeit ist stark abhängig von der Höhe des Acrylnitril-Gehalts im NBR
[4] **Achtung:** Bei thermischer Zersetzung > 290 °C werden toxische und korrosive Gase freigesetzt. Beim Umgang mit PFPE ist offenes Feuer fernzuhalten. Im Arbeitsbereich darf nicht geraucht werden
[5] Eingetragenes Warenzeichen der **Anderol BV**

Tabelle 13.16a: Öl-Empfehlungen für TRIVAC-Pumpen zu verschiedenen Einsatzgebieten

Tabellen, Formeln, Diagramme

ANDEROL® RCF-E96N [5]	ANDEROL® RCF-E68N [5]	NC 10	DOT 4	NC 1/14
Polycarbonsäureester	Polycarbonsäureester	Alkylsulfonsäureester	Bremsflüssigkeit	Perfluorierter Polyether PFPE
Anwendungen in der Kälte-Klima-Technik. Für Kältemittel HFKW (z.B. R134a), H-FCKW (z.B. R123), FKW (z.B. R218), FCKW (z.B. R12) und KW (z.B. R600a)	Anwendungen in der Kälte-Klima-Technik. Für Kältemittel HFKW (z.B. R134a), H-FCKW (z.B. R123), FKW (z.B. R218), FCKW (z.B. R12) und KW (z.B. R600a)	Bei Anfall von Prozessmedien, die zur Polymerisation neigen (z.B. Styrol C_8H_8, Butadien C_4H_6)	Befüllung von Bremsflüssigkeitskreisläufen in der Automobilindustrie	Beim Anfall von starken Oxidationsmitteln wie Sauerstoff O_2, Ozon O_3, Stickoxide NOx und Schwefeloxide (SO_2, SO_3) sowie reaktiver Substanzen wie Halogene (z.B. Fluor F_2, Chlor Cl_2), Halogenwasserstoffe (z.B. Hydrogenchlorid HCl, Hydrogenbromid HBr), Uranhexafluorid UF_6, und bedingt Lewis-Säuren (z.B. Bortrichlorid BCl_3)
Nur in für RCF-E96N modifizierten Pumpen verwenden Eine Vermischung mit einem anderen Öltyp ist strikt zu vermeiden Keine anorganischen Säuren (z.B. HCl, H_2SO_4) abpumpen	Nur in für RCF-E68N modifizierten Pumpen verwenden Eine Vermischung mit einem anderen Öltyp ist strikt zu vermeiden Keine anorganischen Säuren (z.B. HCl, H_2SO_4) abpumpen	Keinen chemischen Ölfilter verwenden Eine Vermischung mit einem anderen Öltyp ist strikt zu vermeiden Keine anorganischen Säuren (z.B. HCl, H_2SO_4) abpumpen	Nur in für DOT 4 modifizierten Pumpen verwenden Eine Vermischung mit einem anderen Öltyp ist strikt zu vermeiden	Nur in für PFPE modifizierten Pumpen verwenden Eine Vermischung mit einem anderen Öltyp ist strikt zu vermeiden Abpumpen von Wasserdampf vermeiden, insbesondere in Verbindung mit korrosiven Medien Der Einsatz eines Ölfilters wird dringend empfohlen
Geeignet Bedingt geeignet Nicht geeignet	Geeignet Bedingt geeignet Nicht geeignet	Geeignet Nicht geeignet Nicht geeignet	Nicht geeignet Nicht geeignet Geeignet	Geeignet Geeignet Geeignet
93 11	68 10	38 4	keine Angabe > 2	47 5
260	260	225	> 120	Entfällt [4]
keine Angabe keine Angabe	keine Angabe keine Angabe	$1 \cdot 10^{-4}$ keine Angabe	1,3 keine Angabe	$3 \cdot 10^{-7}$ $6 \cdot 10^{-4}$
0,99	1,00	1,05 [1]	1,05	1,89 [1]
- 40	- 54	- 30	keine Angabe	- 40
keine Angabe	keine Angabe	keine Angabe	keine Angabe	2500

Bitte beachten Sie, daß die genannten Technischen Daten typische Kenndaten sind. Geringe Schwankungen sind chargenbedingt.
Die hier genannten Technischen Daten stellen keine Zusicherung von Eigenschaften dar

Tabellen, Formeln, Diagramme

Anwendungsdaten	Spezialöl GS 32	Spezialöl GS 77	FM 32	FM 68	GS 495
Öltyp	Paraffinbasisches Mineralöl mit Additiven zur Verbesserung der Oxidationsstabilität und des Verschleißverhaltens	Paraffinbasisches Mineralöl mit Additiven zur Verbesserung der Oxidationsstabilität und des Verschleißverhaltens	Medizinisches Weißöl mit Additiven – nach FDA und USDA H1	Medizinisches Weißöl mit Additiven – nach FDA und USDA H1	Esteröl
Beispiele für Anwendungsgebiete und Prozessmedien	Standardöl Bei Anfall von Luft, chemisch inerten Permanentgasen (z. B. Edelgase), Wasserdampf, Lösemitteldämpfe bei Laborpumpen die mit Kühlfallen betrieben werden	Standardöl Bei Anfall von Luft, chemisch inerten Permanentgasen (z. B. Edelgase), Wasserdampf, Lösemitteldämpfe bei Laborpumpen die mit Kühlfallen betrieben werden	Lebensmittelsektor, nach USDA H1 für zufälligen Kontakt mit Lebensmitteln zugelassen	Lebensmittelsektor, nach USDA H1 für zufälligen Kontakt mit Lebensmitteln zugelassen	Einsatz bei erhöhten Temperaturen Start der Pumpe zwischen 0 und 12 °C
Anmerkungen	Unsere Katalog Enddruck-Angaben für die Pumpen SV 16 bis SV 65 beziehen sich auf den Betrieb mit GS 32	Unsere Katalog Enddruck-Angaben für die Pumpen SV 100 bis SV 1200 beziehen sich auf den Betrieb mit GS 77			Keine anorganischen Säuren (z. B. HCl, H_2SO_4) und Basen (z. B. NaOH, NH_3) abpumpen
Elastomerverträglichkeit **FPM (Viton)** **NBR (Perbunan)** [3] **EPDM**	 Geeignet Geeignet Nicht geeignet	 Geeignet Geeignet Nicht geeignet	 Geeignet Geeignet Nicht geeignet	 Geeignet Geeignet Nicht geeignet	 Geeignet Bedingt geeignet Nicht geeignet
Technische Daten					
Viskosität **bei 40 °C mm²/s** **bei 100 °C mm²/s**	 30 6	 77 10	 32 6	 68 9	 28 6
Flammpunkt °C	220	245	228	260	245
Dampfdruck **bei 20 °C mbar** **bei 100 °C mbar**	 Keine Angabe $5 \cdot 10^{-3}$	 Keine Angabe $1 \cdot 10^{-3}$	 Keine Angabe $5 \cdot 10^{-2}$	 Keine Angabe $1 \cdot 10^{-3}$	 Keine Angabe Keine Angabe
Dichte bei 15 °C g/mℓ	0,86	0,87	0,87	0,87	0,92
Pourpoint °C	- 27	- 24	- 9	- 18	- 57
Mittleres Molekulargewicht g/mol	Keine Angabe	Keine Angabe	Keine Angabe	Keine Angabe	Keine Angabe

Bitte beachten Sie, daß die genannten Technischen Daten typische Kenndaten sind. Geringe Schwankungen sind chargenbedingt.
Die hier genannten Technischen Daten stellen keine Zusicherung von Eigenschaften dar

[1] bei 20 °C

[2] Die Schmierstoff-Beständigkeit ist stark abhängig von der Höhe des Acrylnitril-Gehalts im NBR

[3] **Achtung:** Bei thermischer Zersetzung > 290 °C werden toxische und korrosive Gase freigesetzt. Beim Umgang mit PFPE ist offenes Feuer fernzuhalten. Im Arbeitsbereich darf nicht geraucht werden

Tabelle 13.16b: Öl-Empfehlungen für SOGEVAC-Pumpen zu verschiedenen Einsatzgebieten

GS 555	NC 10	DOT 4	NC 1/14
Esteröl	Alkylsulfonsäureester	Bremsflüssigkeit	Perfluorierter Polyether PFPE
Einsatz bei erhöhten Temperaturen. Abpumpen von Luft, chemisch inerten Permanentgasen (z.B. Edelgase), Kohlendioxid CO_2, Kohlenmonoxid CO, Aliphate (z.B. Methan CH_4, Propan C_3H_8, Ethylen C_2H_4), organische Lösemitteldämpfe	Bei Anfall von Prozessmedien, die zur Polymerisation neigen (z.B. Styrol C_8H_8, Butadien C_4H_6)	Befüllung von Bremsflüssigkeitskreisläufen in der Automobil-Industrie	Beim Anfall von starken Oxidationsmitteln wie Sauerstoff O_2, Ozon O_3, Stickoxide Nox und Schwefeloxide (SO_2, SO_3) sowie reaktiver Substanzen wie Halogene (z.B. Fluor F_2, Chlor Cl_2), Halogenwasserstoffe (z.B. Hydrogenchlorid HCl, Hydrogenbromid HBr), Uranhexafluorid UF_6, und bedingt Lewis-Säuren (z.B. Bortrichlorid BCl_3)
Keine anorganischen Säuren (z.B. HCl, H_2SO_4) und Basen (z.B. NaOH, NH_3) abpumpen	Keinen Chemischen Ölfilter verwenden Vermischung mit einem anderen Öltyp strikt vermeiden Keine anorganischen Säuren (z.B. HCl, H_2SO_4) abpumpen	Nur in für DOT 4 modifizierten Pumpen verwenden Vermischung mit einem anderen Öltyp strikt vermeiden	Nur in für PFPE modifizierten Pumpen verwenden Vermischung mit einem anderen Öltyp strikt vermeiden Abpumpen von Wasserdampf vermeiden, insbesondere in Verbindung mit korrosiven Medien (siehe oben) Der Einsatz eines Ölfilters wird dringend empfohlen
Geeignet Bedingt geeignet Nicht geeignet	Geeignet Nicht geeignet Nicht geeignet	Nicht geeignet Nicht geeignet Geeignet	Geeignet Geeignet Geeignet
94 9	38 4	keine Angabe > 2	47 5
250	210	> 120	Entfällt [3]
$7 \cdot 10^{-5}$ $1{,}5 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-4}$ keine Angabe	1,3 keine Angabe	$3 \cdot 10^{-7}$ $6 \cdot 10^{-4}$
0,96	1,05 [1]	1,05	1,89 [1]
- 42	- 15	keine Angabe	- 40
530	keine Angabe	keine Angabe	2500

Bitte beachten Sie, daß die genannten Technischen Daten typische Kenndaten sind. Geringe Schwankungen sind chargenbedingt.
Die hier genannten Technischen Daten stellen keine Zusicherung von Eigenschaften dar

Tabellen, Formeln, Diagramme

Anwendungsdaten	Spezialöl N62	NC 1/14
Öltyp	Paraffinbasisches Mineralöl, Kernfraktion, frei von Additiven	Perfluorierter Polyether PFPE
Beispiele für Anwendungsgebiete und Prozessmedien	Standardöl Bei Anfall von Luft, chemisch inerten Permanentgasen (z.B. Edelgase), Wasserstoff H_2, Wasserdampf, Lösemitteldämpfe bei Laborpumpen die mit Kühlfallen betrieben werden	Beim Anfall von starken Oxidationsmitteln wie Sauerstoff O_2, Ozon O_3, Stickoxide Nox und Schwefeloxide (SO_2, SO_3) sowie reaktiver Substanzen wie Halogene (z.B. Fluor F_2, Chlor Cl_2), Halogenwasserstoffe (z.B. Hydrogenchlorid HCl, Hydrogenbromid HBr), Uranhexafluorid UF_6, und bedingt Lewis-Säuren (z.B. Bortrichlorid BCl_3)
Anmerkungen	Unsere Katalog Enddruck-Angaben beziehen sich (außer bei den DOT- und PFPE-Pumpen) auf den Betrieb mit N62 Standzeit kann durch Einsatz eines Ölfilters verlängert werden	Nur in für PFPE modifizierten Pumpen verwenden Vermischung mit einem anderen Öltyp strikt zu vermeiden Abpumpen von Wasserdampf vermeiden, insbesondere in Verbindung mit korrosiven Medien Der Einsatz eines Ölfilters wird dringend empfohlen
Elastomerverträglichkeit **FPM (Viton)** **NBR (Perbunan)** [3] **EPDM**	 Geeignet Bedingt geeignet Nicht geeignet	 Geeignet Geeignet Geeignet
Technische Daten		
Viskosität **bei 40 °C** mm²/s **bei 100 °C** mm²/s	 90 10	 47 5
Flammpunkt °C	> 255	Entfällt [3]
Dampfdruck **bei 20 °C** mbar **bei 100 °C** mbar	 $< 1 \cdot 10^{-5}$ $< 3 \cdot 10^{-3}$	 $3 \cdot 10^{-7}$ $6 \cdot 10^{-4}$
Dichte bei 15 °C g/mℓ	0,88 [1]	1,89 [1]
Pourpoint °C	< - 9	- 40
Mittleres Molekulargewicht g/mol	550	2500

Bitte beachten Sie, daß die genannten Technischen Daten typische Kenndaten sind. Geringe Schwankungen sind chargenbedingt. Die hier genannten Technischen Daten stellen keine Zusicherung von Eigenschaften dar

[1] bei 20 °C

[2] Die Schmierstoff-Beständigkeit ist stark abhängig von der Höhe des Acrylnitril-Gehalts im NBR

[3] **Achtung:** Bei thermischer Zersetzung > 290 °C werden toxische und korrosive Gase freigesetzt. Beim Umgang mit PFPE ist offenes Feuer fernzuhalten. Im Arbeitsbereich darf nicht geraucht werden

Tabelle 13.16c: Öl-Empfehlungen für Sperrschieberpumpen E und DK zu verschiedenen Einsatzgebieten

Anwendungsdaten	Spezialöl N62	ANDEROL® 555 [4]	ANDEROL® 2100 HTCL [4]	NC 1/14
Öltyp	Paraffinbasisches Mineralöl, Kernfraktion, frei von Additiven	Diesteröl	Polylester	Perfluorierter Polyether PFPE
Beispiele für Anwendungsgebiete und Prozessmedien	Standardöl Bei Anfall von Luft, chemisch inerten Permanentgasen (z.B. Edelgase), Wasserstoff H_2, Wasserdampf	Einsatz bei erhöhten Temperaturen. Abpumpen von Luft, chemisch inerten Permanentgasen (z.B. Edelgase), Wasserstoff H_2, Kohlendioxid CO_2, Kohlenmonoxid CO, Aliphate (z.B. Methan CH_4, Propan C_3H_8, Ethylen C_2H_4), organische Lösemitteldämpfe	Einsatz in RUVAC WSLF für den Betrieb in Gaslasern	Beim Anfall von starken Oxidationsmitteln wie Sauerstoff O_2, Ozon O_3, Stickoxide NOx und Schwefeloxide (SO_2, SO_3) sowie reaktiver Substanzen wie Halogene (z.B. Fluor F_2, Chlor Cl_2), Halogenwasserstoffe (z.B. Hydrogenchlorid HCl, Hydrogenbromid HBr), Uranhexafluorid UF_6, und bedingt Lewis-Säuren (z.B. Bortrichlorid BCl_3)
Anmerkungen	Unsere Katalog Enddruck-Angaben beziehen sich (außer bei den DOT- und PFPE-Pumpen) auf den Betrieb mit N62 Standzeit kann durch Einsatz eines Ölfilters verlängert werden	Keine anorganischen Säuren (z.B. HCl, H_2SO_4) und Basen (z.B. NaOH, NH_3) abpumpen		Nur in für PFPE modifizierten Pumpen verwenden Für den Betrieb mit PFPE empfehlen wir ausschließlich Pumpentypen mit Spaltrohrmotor Eine Vermischung mit einem anderen Öltyp ist strikt zu vermeiden
Elastomerverträglichkeit **FPM (Viton)** **NBR (Perbunan) [2]** **EPDM**	 Geeignet Bedingt geeignet Nicht geeignet	 Geeignet Bedingt geeignet Nicht geeignet	 Geeignet Bedingt geeignet Nicht geeignet	 Geeignet Geeignet Geeignet
Technische Daten				
Viskosität				
bei 40 °C mm²/s	90	94	94	47
bei 100 °C mm²/s	10	9	13	5
Flammpunkt °C	> 255	250	265	Entfällt [3]
Dampfdruck				
bei 20 °C mbar	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$7 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-5}$	$3 \cdot 10^{-7}$
bei 100 °C mbar	$< 3 \cdot 10^{-3}$	$1{,}5 \cdot 10^{-3}$	$8{,}5 \cdot 10^{-4}$	$6 \cdot 10^{-4}$
Dichte bei 15 °C g/mℓ	0,88 [1]	0,96	0,92	1,89 [1]
Pourpoint °C	< - 9	- 42	- 35	- 40
Mittleres Molekulargewicht g/mol	550	530	Keine Angabe	2500

Bitte beachten Sie, daß die genannten Technischen Daten typische Kenndaten sind. Geringe Schwankungen sind chargenbedingt.
Die hier genannten Technischen Daten stellen keine Zusicherung von Eigenschaften dar

[1] bei 20 °C

[2] Die Schmierstoff-Beständigkeit ist stark abhängig von der Höhe des Acrylnitril-Gehalts im NBR

[3] **Achtung:** Bei thermischer Zersetzung > 290 °C werden toxische und korrosive Gase freigesetzt. Beim Umgang mit PFPE ist offenes Feuer fernzuhalten. Im Arbeitsbereich darf nicht geraucht werden

[4] Eingetragenes Warenzeichen der **Anderol BV**

Tabelle 13.16d: Öl-Empfehlungen für Wältkolbenpumpen RUVAC zu verschiedenen Einsatzgebieten

Tabellen, Formeln, Diagramme

Technische Daten		Mineralöle / DIFFELEN			Silikonöle	
		leicht	normal	ultra	DC 704	DC 705
Dampfdruck bei 20 °C	mbar	$2 \cdot 10^{-8}$	$2 \cdot 10^{-9}$	$4 \cdot 10^{-11}$	$3 \cdot 10^{-8}$	$4 \cdot 10^{-10}$
Molekulargewicht	g/mol	500	530	600	485	545
Flammpunkt	°C	> 240	> 258	> 270	221	243
Dyn. Viskosität bei 25 °C	mPas	115	185	220	47	190
Kin. Viskosität bei 40 °C	mm^2/s	60	90	96	24	66
Dichte bei 20 °C	g/mℓ	0,86	0,87	0,87	1,07 [1]	1,09 [1]
Erreichbare Enddrücke [2]		$1,5 \cdot 10^{-5}$	$1,5 \cdot 10^{-6}$	$6 \cdot 10^{-7}$	$6 \cdot 10^{-7}$	$4 \cdot 10^{-7}$
Ohne Dampfsperre	mbar	$6 \cdot 10^{-6}$	$6 \cdot 10^{-7}$	$3 \cdot 10^{-7}$	$3 \cdot 10^{-7}$	$1,5 \cdot 10^{-7}$
Mit Düsenhut-Dampfsperre	mbar	$1,5 \cdot 10^{-6}$	$1,5 \cdot 10^{-7}$	$3 \cdot 10^{-8}$	$3 \cdot 10^{-6}$	$1,5 \cdot 10^{-8}$
Mit Astrotorus-Dampfsperre	mbar					

[1] bei 25 °C

[2] Nach mehrstündigem Ausheizen des angeschlossenen Vakuumbehälters bei 200 °C. (Beachte auch Abschnitt 12: Betriebshinweise für Vakuumapparaturen)

Tabelle 13.16e: Daten von Treibmitteln für Öl-Diffusionspumpen

Ramsay Fette, zum Schmieren von Schliffen und Hähnen in Vorvakuum-Leitungen bestehen aus speziellen Vaseline-Arten, die durch Vermischung mit Kautschuk die geeignete Konsistenz erhalten.

Ramsay-Fett zäh dient zum Schmieren von Schliffverbindungen. Einsetzbar bis 10^{-2} mbar.

Ramsay-Fett weich wird zum Schmieren von Hähnen verwendet. Einsetzbar bis 10^{-2} mbar.

Gleitlen ist ein Spezialfett zur Schmierung von Rührwellen (KPG-Rührer, u.a.) aller Größen für das Labor. Einsetzbar bis 10^{-2} mbar.

Lithelen enhält Lithiumseifen und ist durch Hochvakuumbehandlung von allen Anteilen höherer Dampfdrücke befreit. Es ist in einem weiten Temperaturbereich (von 0 °C bis 150 °C) und in Anwendungen von Normaldruck bis 10^{-8} mbar verwendbar.

DYNAFAT wird zur Schmierung von Dichtringen eingesetzt.

Silikon-Hochvakuum-Fett enthält hochmolekulare Stoffe mit Silizium und Sauerstoff als Kettenglieder.

Bei Temperaturen über 220 °C polymerisiert das Silikonfett unter Gasabgabe. Es ist in einem weiten Temperaturbereich (von - 40 °C bis 180 °C) und in Anwendungen von Normaldruck bis 10^{-6} mbar verwendbar.

DIFFELEN normal wird zur Schmierung und Abdichtung von Drehdurchführungen eingesetzt.

Dichtungsmittel	Verwendungszweck	Dampfdruck bei 20 °C (mbar)	Tropfpunkt (°C)	Max. Arbeitstemperatur (°C)
Dichtungsfett				
Ramsay-Fett zäh	Fetten von Schliffen und Hähnen bis zu Drücken von 10^{-2} mbar	10^{-4}	> 56	30
Ramsay-Fett weich	Fetten von Schliffen und Hähnen bis zu Drücken von 10^{-2} mbar	10^{-4}	> 56	30
Gleitlen (KPG Rührer)	Schmierung von Rührwellen	10^{-4}	> 50	30
LITHELEN	Fetten von Schliffen und Hähnen bei niedrigem Druck und bei hoher Arbeitstemperatur	10^{-10}	> 210	150
Silikon-Hochvakuum-Fett	Fetten von Schliffen und Hähnen bei niedrigem Druck und bei hoher Arbeitstemperatur	Keine Angaben	[1]	180
DYNAFAT	Schmierung von Dichtringen	Keine Angaben	148	110
Öle				
DIFFELEN normal	Drehdurchführungen	$2 \cdot 10^{-9}$	Keine Angaben	120

[1] über 200 °C Polymerisation

[2] 5 x 50 g

Tabelle 13.16f: Technische Daten für Dichtungsfette und Öle

Vakuum-Symbole

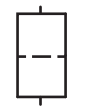
Sämtliche Bildzeichen mit Ausnahme der durch **) gekennzeichneten sind lageunabhängig.

Die Bildzeichen für Vakuumpumpen sollten immer so angeordnet sein, daß die Seite der Verengung dem höheren Druck zugeordnet ist.

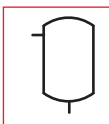
Vakuumpumpen

	Vakuumpumpe, allgemein
	Hubkolben-Vakuumpumpe
	Membran-Vakuumpumpe
	Verdrängervakuumpumpe, rotierend
	Sperrschieber-Vakuumpumpe
	Drehschieber-Vakuumpumpe
	Kreiskolben-Vakuumpumpe
	Flüssigkeitsring-Vakuumpumpe
	Wälzkolben-Vakuumpumpe
	Turbovakuumpumpe, allgemein
	Radialvakuumpumpe
	Axialvakuumpumpe
	Turbo-Molekularpumpe
	Treibmittel-vakuumpumpe
	Diffusionspumpe
	Adsorptionspumpe
	Getterpumpe
	Ionenzerstäuberpumpe
	Kryopumpe
	Scrollpumpe
	Verdampferpumpe

Vakuumzubehör

	Abscheider, allgemein
	Abscheider mit Wärmeaustausch (z. B. gekühlt)
	Gasfilter, allgemein
	Filter, Filterapparat, allgemein
	Dampfsperre, allgemein
	Dampfsperre, gekühlt
	Kühlfalle, allgemein
	Kühlfalle mit Vorratsgefäß
	Sorptionsfalle
	Drosselstelle

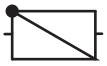
Behälter

	Behälter mit gewölbten Böden, allgemein Vakuumbehälter
	Vakuumglocke

Absperrorgane

	Absperrorgan, allgemein
	Absperrventil, Durchgangsventil

Tabelle 13.17: Bildzeichen für die Vakuumtechnik (Auszug aus DIN 28401)

	Eckventil
	Durchgangshahn
	Dreiwegehahn
	Eckhahn
	Absperrschieber
	Absperrklappe
	Rückschlagklappe
	Absperrorgan mit Sicherheitsfunktion

Antriebe für Absperrorgane

	Antrieb von Hand
	Dosierventil
	Antrieb durch Elektromagnet
	Fluidantrieb (hydraulisch oder pneumatisch)
	Antrieb durch Elektromotor
	gewichtsbetätigt

Verbindungen und Leitungen

	Flanschverbindung, allgemein
	Flanschverbindung, geschraubt
	Kleinflanschverbindung
	Klammerflanschverbindung
	Rohrschraubverbindung
	Kugelschliffverbindung
	Muffenverbindung
	Kegelschliffverbindung
	Kreuzung zweier Leitungen mit Verbindungsstelle
	Kreuzung zweier Leitungen ohne Verbindungsstelle
	Abzweigstelle
	Zusammenfassung von Leitungen
	Bewegliche Leitung (z.B. Kompensator, Verbindungsschlauch)
	Schiebedurchführung mit Flansch
	Schiebedurchführung ohne Flansch
	Drehschiebedurchführung
	Drehdurchführung
	Elektrische Leitungsdurchführung

Messung und Meßgeräte

	Vakuum (zur Kennzeich- nung von Vakuum) **)
	Vakuummessung, Vakuum-Meßzelle **)
	Vakuummeßgerät, Betriebs- u. Anzeigegerät für Meßzelle **)
	Vakuummeßgerät, regi- strierend (schreibend) **)
	Vakuummeßgerät mit Ana- log-Meßwertanzeiger **)
	Vakuummeßgerät mit Digi- tal-Meßwertanzeiger **)
	Durchflußmessung

**) Diese Bildzeichen dürfen nur in der hier dargestellten Lage verwendet werden (Spitze des Winkels nach unten zeigend).

Tabelle 13.17: Bildzeichen für die Vakuumtechnik (Auszug aus DIN 28401) (Fortsetzung)

Tabellen, Formeln, Diagramme

	Kelvin	Celsius	Réaumur	Fahrenheit	Rankine
Siedepunkt H_2O	373	100	80	212	672
Körpertemperatur 37 °C	310	37	30	99	559
Raumtemperatur	293	20	16	68	527
Eispunkt H_2O	273	0	0	32	492
$NaCl/H_2O$ 50:50	255	–18	–14	0	460
Eispunkt Hg	34	–39	–31	–39	422
CO_2 (Trockeneis)	195	–78	–63	–109	352
Siedepunkt LN_2	77	–196	–157	–321	170
Absoluter Nullpunkt	0	–273	–219	–460	0

	Umrechnung in				
	K Kelvin	°C Celsius	°R Réaumur	°F Fahrenheit	°R Rankine
K Kelvin	1	K – 273	$\frac{4}{5}$ (K – 273)	$\frac{9}{5}$ (K – 273) + 32	$\frac{9}{5}$ K = 1,8 K
°C Celsius	°C + 273	1	$\frac{4}{5}$ · °C	$\frac{9}{5}$ · °C + 32	$\frac{9}{5}$ (°C + 273)
°C Réaumur	$\frac{5}{4}$ · °R + 273	$\frac{5}{4}$ · °R	1	$\frac{9}{4}$ · °R + 32	$\frac{5}{9}$ $\frac{5}{4}$(°R + 273)
°F Fahrenheit	$\frac{5}{9}$(°F – 32) + 273	$\frac{5}{9}$ (°F – 32)	$\frac{4}{9}$ (°F – 32)	1	°F + 460
°R Rankine	$\frac{5}{9}$ (°R)	$\frac{5}{9}$ (°R – 273)	$\frac{4}{5}$ $\frac{5}{9}$ (°R – 273)	°R – 460	1

Tabelle 13.18: Temperaturvergleichs- und Umrechnungstabelle (auf ganze Grad gerundet)

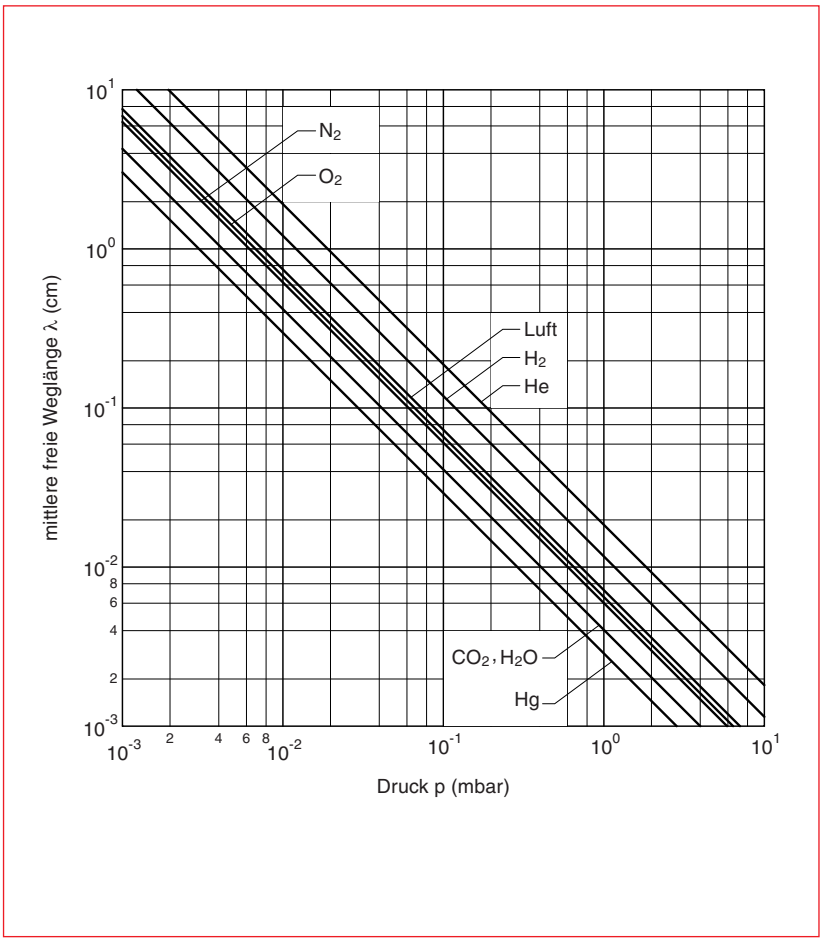


Abb. 13.1
Abhängigkeit der mittleren freien Weglänge λ vom Druck, für verschiedene Gase bei 20 °C

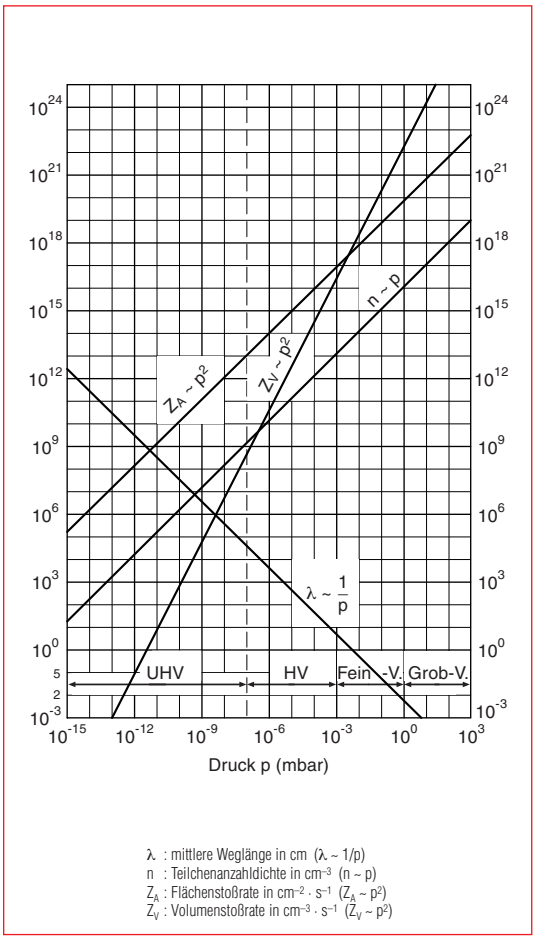

n ~ p
ZA ~ p²
ZV ~ p²
λ ~ 1/p
UHV
HV
Fein -V.
Grob-V.
Druck p (mbar)
λ : mittlere Weglänge in cm (λ ~ 1/p)
n : Teilchenanzahldichte in cm⁻³ (n ~ p)
ZA : Flächenstoßrate in cm⁻² · s⁻¹ (ZA ~ p²)
ZV : Volumenstoßrate in cm⁻³ · s⁻¹ (ZV ~ p²)

Abb. 13.2
Gaskinetisches Diagramm für Luft bei 20 °C

Tabellen, Formeln, Diagramme

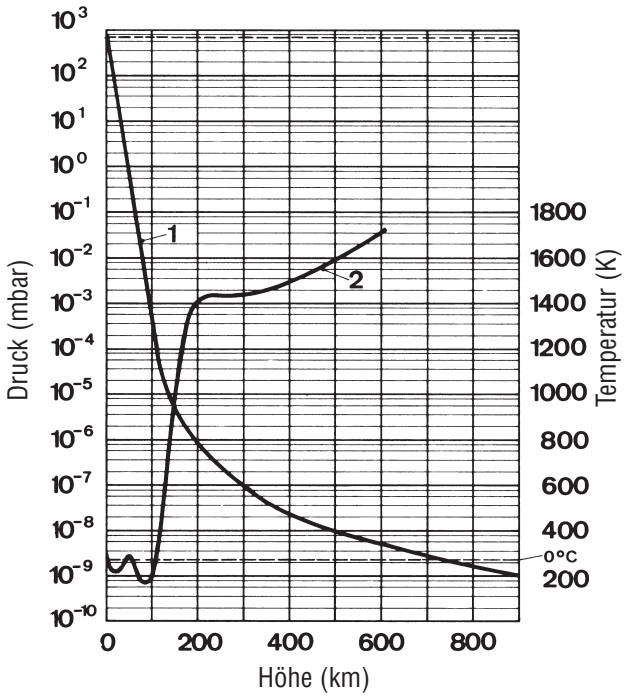


Abb. 13.3
Abnahme des Luftdruckes (1) und Änderung der Temperatur (2) mit der Entfernung von der Erde

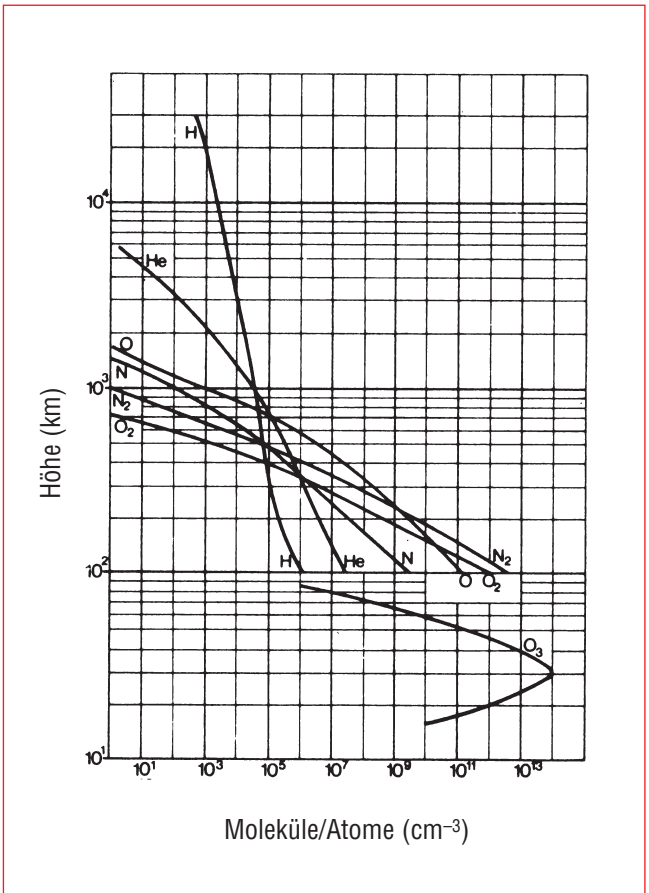


Abb. 13.4
Änderung der Gaszusammensetzung der Atmosphäre mit der Entfernung von der Erde

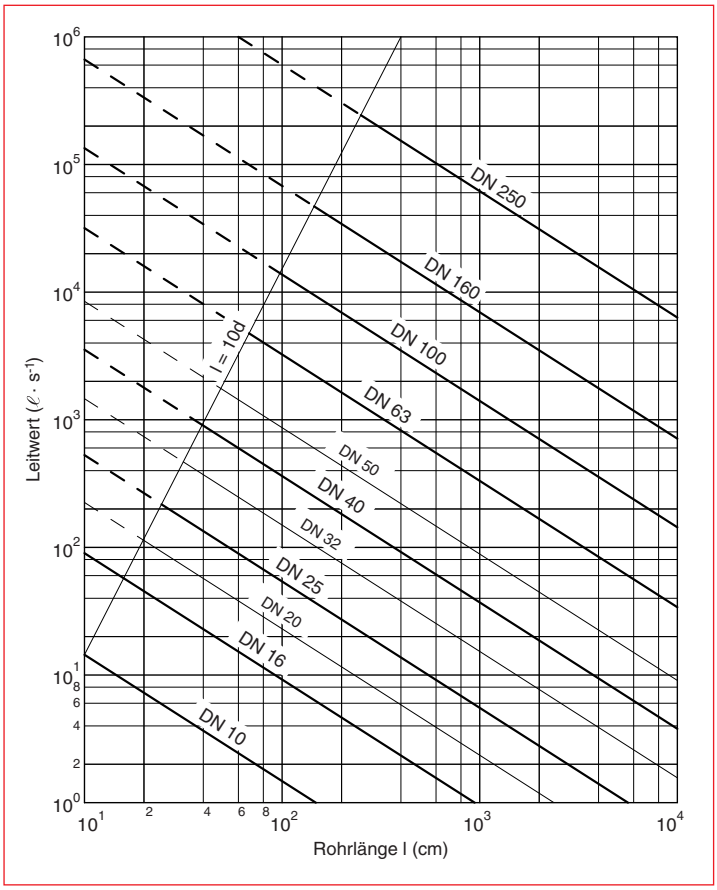


Abb. 13.5
Leitwerte von Rohren üblicher Nennweiten mit Kreisquerschnitt für Laminarströmung (p = 1 mbar) nach Gleichung 53a.
(Dicke Linien gehören zu bevorzugten DN.) Strömungsmedium: Luft (d, l in cm!)

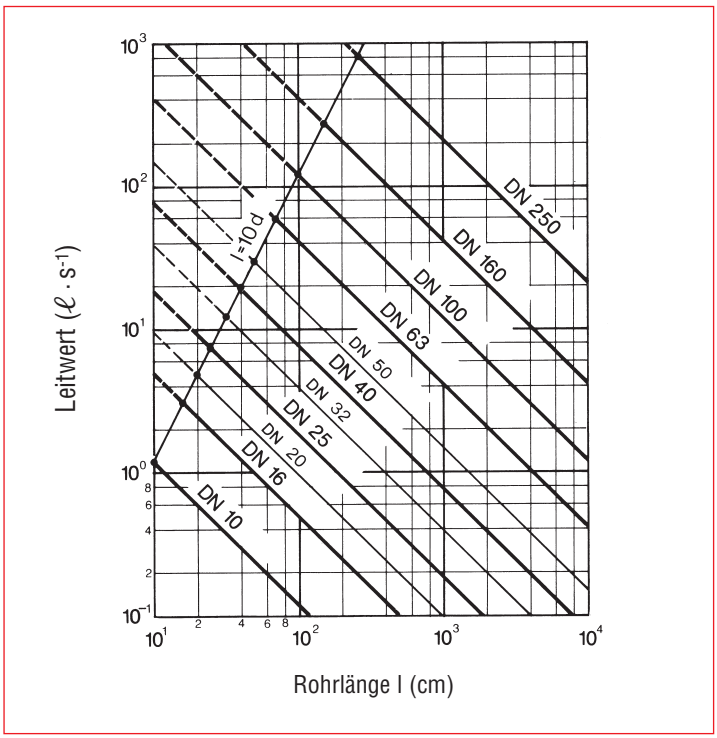
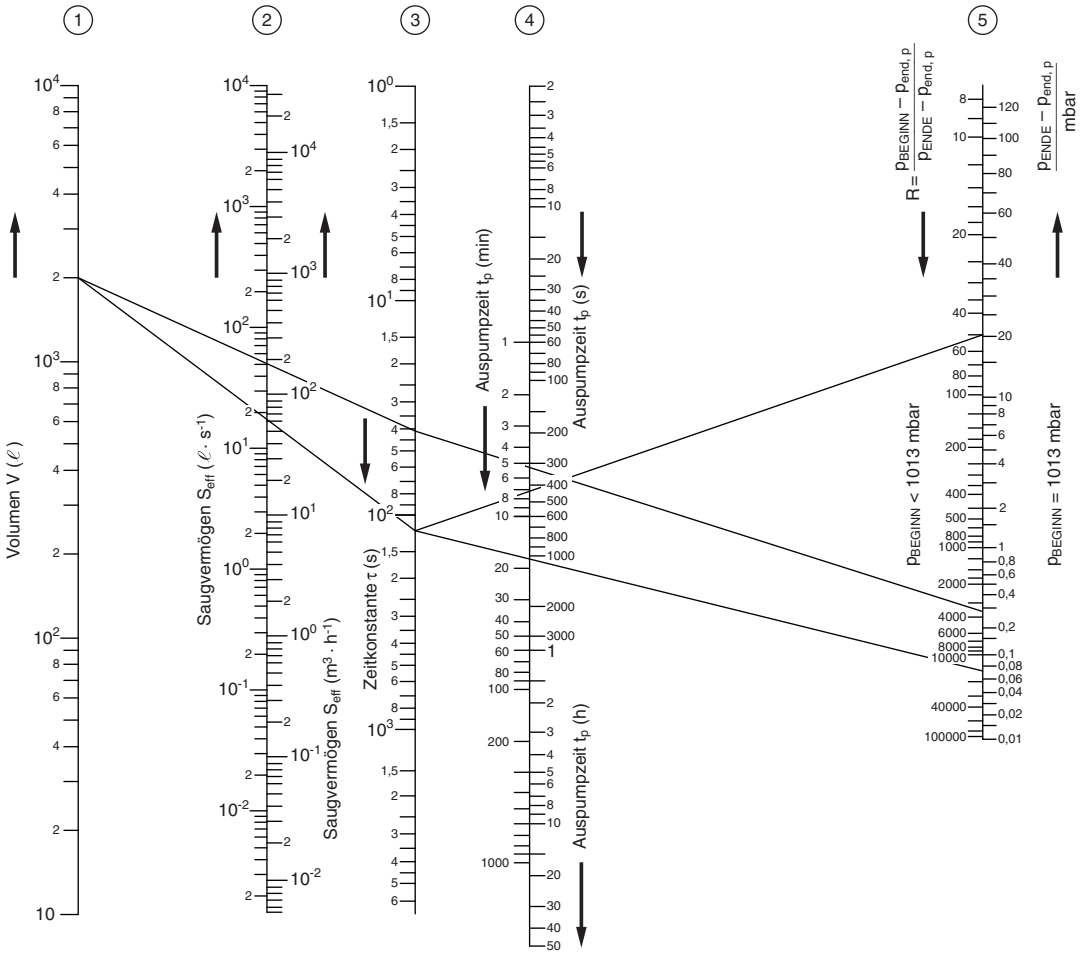


Abb. 13.6
Leitwerte von Rohren üblicher Nennweiten mit Kreisquerschnitt für Molekularströmung nach Gleichung 53b. (Dicke Linien gehören zu bevorzugten DN.) Strömungsmedium: Luft (d, l in cm!)



Leiter ①: Kesselvolumen V in Litern

Leiter ②: Maximum des effektiven Saugvermögens $S_{eff,\,max}$ am Kessel in (links) Liter pro Sekunde bzw. (rechts) Kubikmeter pro Stunde

Leiter ③: Zeitkonstante τ(s)

Leiter ④: Auspumpzeit t_p in (rechts oben) Sekunden bzw. (links Mitte) Minuten bzw. (rechts unten) Stunden

Leiter ④: Rechts:
Druck p_{ENDE} in Millibar am ENDE der Auspumpzeit, wenn zu BEGINN der Auspumpzeit der Atmosphärendruck $p_{BEGINN} \approx p_n$ = 1013 mbar geherrscht hat. Der gewünschte Druck p_{ENDE} ist um den Enddruck der Pumpe $p_{end,\,p}$ zu vermindern, mit dem Differenzwert ist in die Leiter einzugehen. Falls Einströmung $q_{pV,\,ein}$ vorhanden, ist in die Leiter mit dem Wert $p_{ENDE} - p_{end,\,p} - q_{pV,\,ein}/S_{eff,\,max}$ einzugehen

Links:
Druckminderungsverhältnis $R = (p_{BEGINN} - p_{end,\,p} - q_{pV,\,ein} / S_{eff,\,max})/(p_{ENDE} - p_{end,\,p} - q_{pV,\,ein} / S_{eff,\,max})$, wenn zu Beginn des Pumpvorgangs der Druck p_{BEGINN} herrscht und auf den Druck p_{ENDE} ausgepumpt werden soll

Die Druckabhängigkeit des Saugvermögens geht in das Nomogramm ein und kommt durch $p_{end,\,p}$ in Leiter ⑤ zum Ausdruck. Ist der Pumpendruck $p_{end,\,p}$ klein gegen den Druck p_{ENDE}, den man am Ende des Auspumpvorganges zu erreichen wünscht, so entspricht das einem konstanten Saugvermögen S bzw. S_{eff} während des ganzen Pumpprozesses

Beispiel 1 zum Nomogramm 13.7:

Ein Kessel mit dem Volumen V = 2000 ℓ soll durch eine Sperrschieberpumpe mit dem am Kessel wirkenden Saugvermögen $S_{eff,\,max}$ = 60 m^3h^{-1} = 16,7 ℓ · s^{-1} vom Druck p_{BEGINN} = 1000 mbar (Atmosphärendruck) auf den Druck $p_{ENDE} = 10^{-1}$ mbar ausgepumpt werden. Die Auspumpzeit gewinnt man aus dem Nomogramm in zwei Schritten:

1) Bestimmung von τ: Man legt durch V = 2000 ℓ (Leiter ①) und S_{eff} = 60 m^3h^{-1} = 16,7 ℓ · s^{-1} (Leiter ②) eine Gerade und liest am Schnittpunkt dieser Geraden mit Leiter ③ den Wert t = 120 s = 2 min ab (man beachte, daß die Unsicherheit dieses Verfahrens etwa Δτ = ± 10 s beträgt, die relative Unsicherheit also etwa 10% ist)

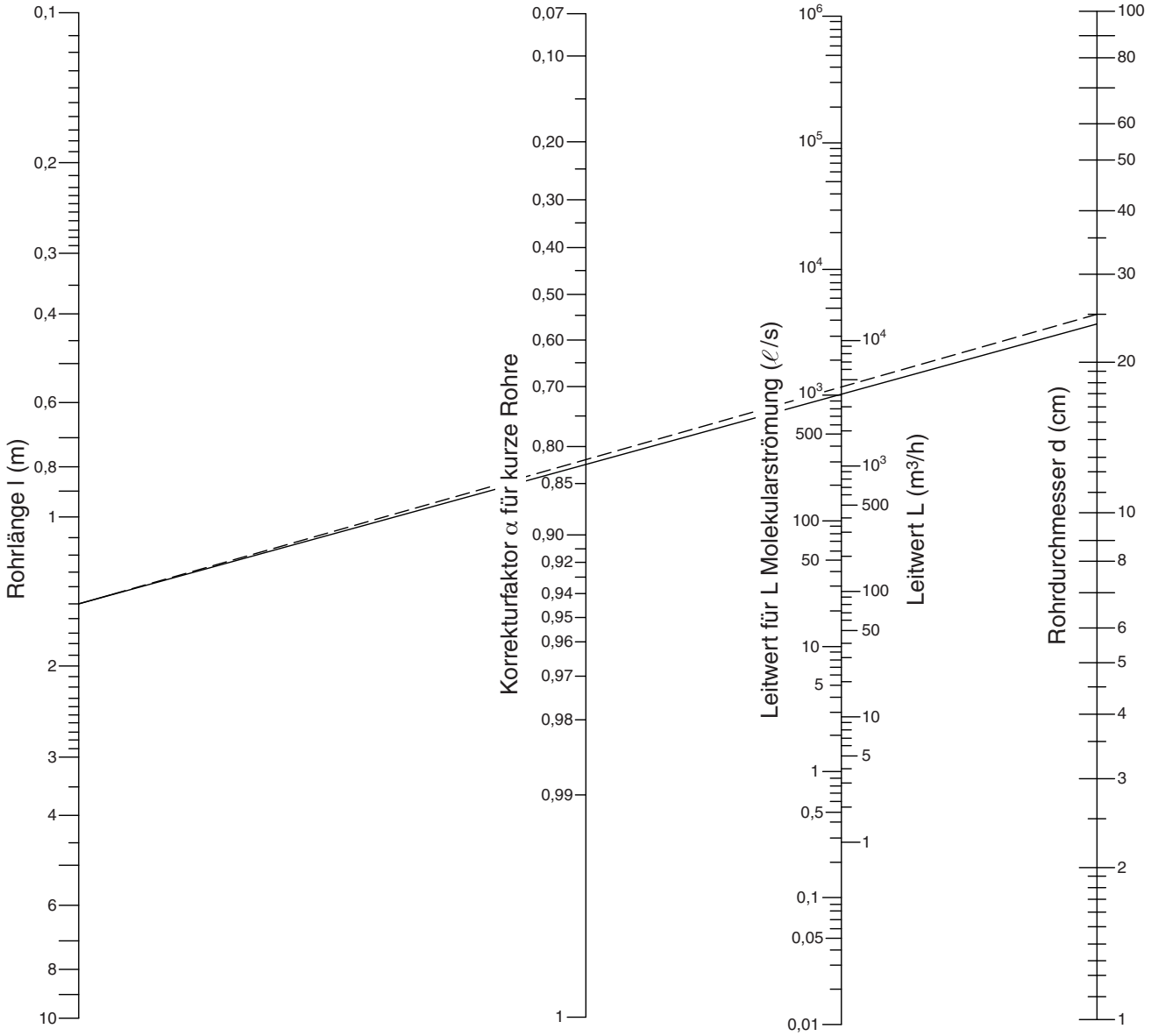
2) Bestimmung von t_p: Der Enddruck der Rotationspumpe sei nach Angabe des Herstellers $p_{end,\,p} = 3 \cdot 10^{-2}$ mbar, die Apparatur sauber und die Lecks vernachlässigbar ($q_{pV,\,ein}$ = 0 zu setzen); das ist $p_{ENDE} - p_{end,\,p} = 10^{-1}$ mbar $- 3 \cdot 10^{-2}$ mbar = $7 \cdot 10^{-2}$ mbar. Man legt nun eine Gerade durch den unter 1) gefundenen Punkt τ = 120 s (Leiter ③) und den Punkt $p_{ENDE} - p_{end,\,p} = 7 \cdot 10^{-2}$ mbar (Leiter ⑤) und liest den Schnittpunkt dieser Geraden mit Leiter ④ t_p = 1100 s = 18,5 min ab. (Wieder beträgt die relative Unsicherheit des Verfahrens etwa 10%, so daß die relative Unsicherheit von t_p etwa 15% betragen wird). Mit einem Sicherheitszuschlag von 20% wird man mit der Pumpzeit t_p = 18,5 min · (1 + 15% + 20%) = 18,5 min · 1,35 = 25 min rechnen

Beispiel 2 zum Nomogramm 13.7:

Die saubere und trockene Vakuumanlage ($q_{pV,\,ein}$ = 0) mit V = 2000ℓ (wie in Beispiel 1) soll auf den Druck p_{ENDE} = 10^{-2} mbar ausgepumpt werden. Da dieser Druck kleiner als der Enddruck der Sperrschieberpumpe ($S_{eff,\,max}$ = 60 $m^3 \cdot h^{-1}$ = 16,7 ℓ · s^{-1}, $p_{end,\,p} = 3 \cdot 10^{-2}$ mbar) ist, muß die Hintereinanderschaltung einer Sperrschieberpumpe und einer Wälzkolbenpumpe verwendet werden. Letztere hat einen „Einschaltdruck“ p_1 = 20 mbar, das Saugvermögen $S_{eff,\,max}$ = 200 m^3h^{-1} = 55 ℓ · s^{-1} sowie $p_{end,\,p} = 4 \cdot 10^{-3}$ mbar. Man wird also von p_{BEGINN} = 1000 mbar bis p = 20 mbar mit der Sperrschieberpumpe arbeiten und von p_1 = 20 mbar bis $p_{ENDE} = 10^{-2}$ mbar die Wälzkolbenpumpe zuschalten, wobei die Sperrschieberpumpe als Vorpumpe wirkt. Für den ersten Pumpschritt findet man aus dem Nomogramm wie in Beispiel 1 (Gerade durch V = 2000 ℓ, S_{eff} = 16,7 ℓ · s^{-1}) die Zeitkonstante τ = 120 s
= 2 min. Verbindet man diesen Punkt der Leiter ③ mit dem Punkt $p_1 - p_{end,\,p}$ = 20 mbar $- 3 \cdot 10^{-2}$ mbar = 20 mbar ($p_{end,\,p}$ ist hier vernachlässigt, d.h. die Sperrschieberpumpe hat im ganzen Bereich 1000 mbar ... 20 mbar konstantes Saugvermögen) der Leiter ⑤, so findet man $t_{p,\,1}$ = 7,7 min. Die Wälzkolbenpumpe muß den Druck von p_1 = 20 mbar auf p_{ENDE} = 10^{-2} mbar mindern, also ist das Druckminderverhältnis R = (20 mbar $- 4 \cdot 10^{-3}$ mbar) / (10^{-2} mbar $- 4 \cdot 10^{-3}$ mbar) = $20/6 \cdot 10^{-3}$ = 3300

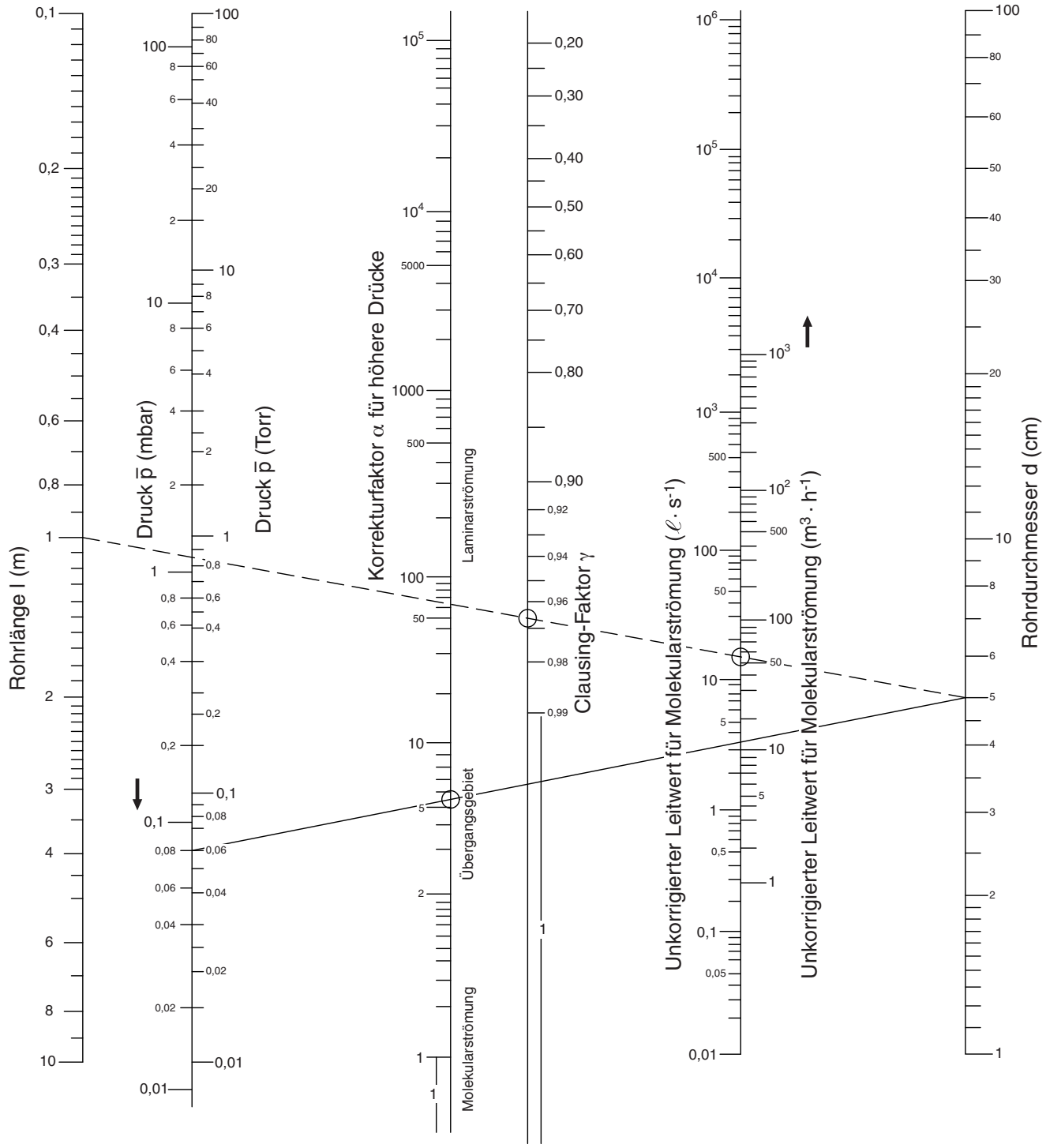
Die Zeitkonstante findet man (Gerade V = 2000 ℓ auf ①, S_{eff} = 55 ℓ · s^{-1} auf ②) zu = 37 s (auf ③). Verbindet man diesen Punkt auf 3 mit R = 3300 auf ⑤, dann liest man ④ $t_{p,\,2}$ = 290 s = 4,8 min ab. Setzt man für die Umschaltzeit noch t_u = 1 min in Rechnung, so ergibt sich die Auspumpzeit $t_p = t_{p1} + t_u + t_{p2}$ = 7,7 min + 1 min + 4,8 min = 13,5 min

Abb. 13.7:
Nomogramm zur Ermittlung der Auspumpzeit t_p eines Behälters im Grobvakuumbereich



Beispiel: Welchen Durchmesser d muß eine 1,5 m lange Rohrleitung haben, damit sie im Gebiet der Molekularströmung einen Leitwert von etwa L = 1000 ℓ/sec hat? Man verbindet die Punkte l = 1,5 m und L = 1000 ℓ/sec miteinander und verlängert die Gerade bis zum Schnittpunkt mit der Skala für den Durchmesser d. Man erhält d = 24 cm. Der Eingangsleitwert des Rohres, der vom Verhältnis d/l abhängt und bei kurzen Rohren nicht vernachlässigt werden darf, wird durch einen Korrekturfaktor α berücksichtigt. Für d/l < 0,1 kann α gleich 1 gesetzt werden. In unserem Beispiel ist d/l = 0,16 und α = 0,83 (Schnittpunkt der Geraden mit der α-Skala). Damit erniedrigt sich der effektive Leitwert der Rohrleitung auf L · α = 1000 · 0,83 = 830 ℓ/sec. Vergrößert man d auf 25 cm, so erhält man einen Leitwert von 1200 · 0,82 = 985 ℓ/sec (gestrichelte Gerade).

Abb. 13.8
Nomogramm zur Ermittlung der Leitwerte von Rohren mit kreisförmigem Querschnitt für Luft bei 20 °C im Gebiet der Molekularströmung (nach J. DELAFOSSE und G. MONGODIN: Les calculs de la Technique du Vide, Sondernummer „Le Vide“, 1961)

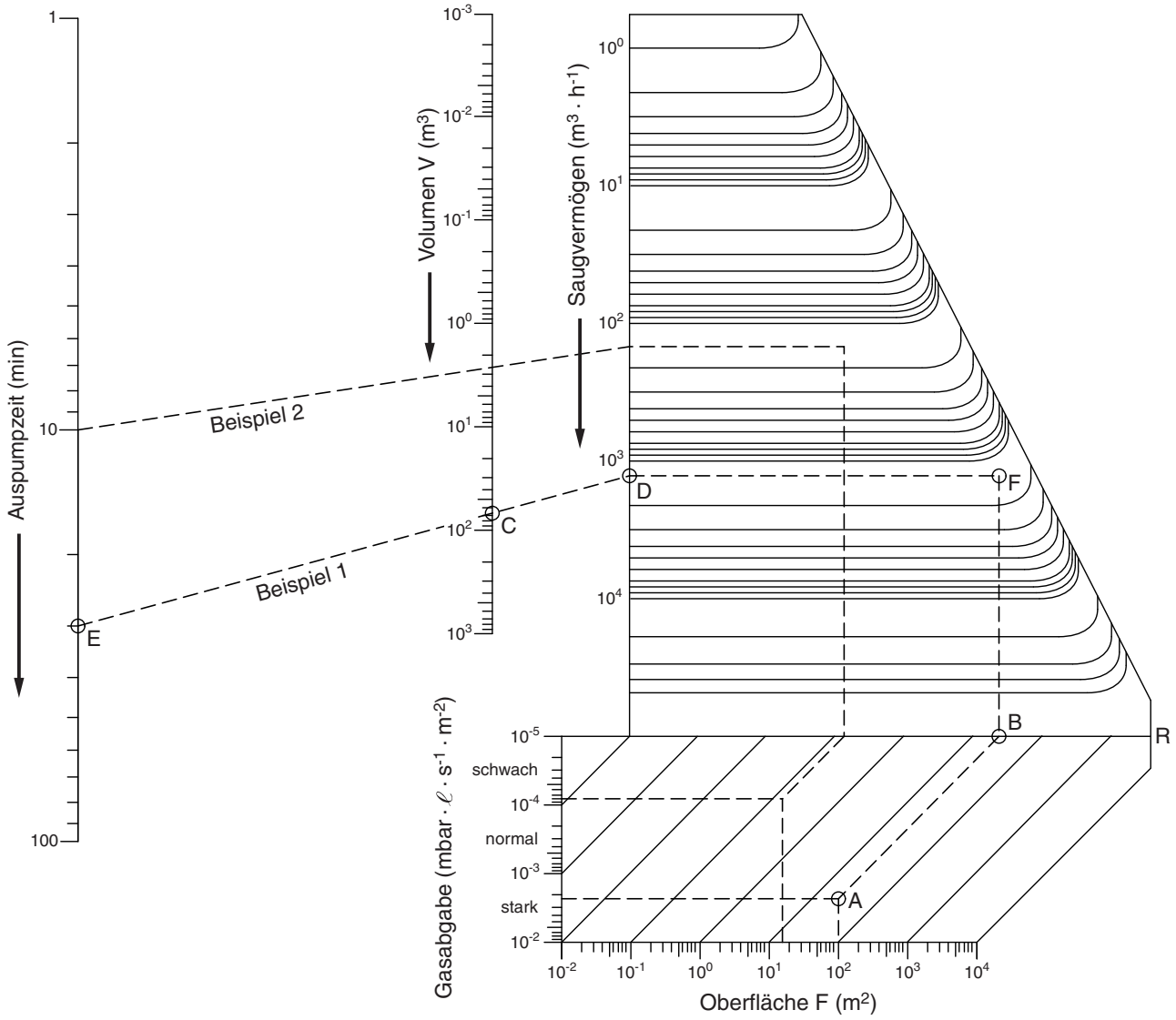


Verfahren: Man ermittelt bei vorgegebenem Rohrabmessungen (Länge l, Innendurchmesser d) zunächst den druckunabhängigen Leitwert L_m im Gebiet der Molekularströmung. Um den Leitwert L* im Gebiet der Laminarströmung oder im Übergangsgebiet bei vorgegebenem mittleren Druck p im Rohr zu finden, muß der vorher bestimmte Leitwert L_m noch mit dem im Nomogramm ermittelten Faktor α multipliziert werden: $L^* = L_m \cdot \alpha$

Beispiel: Eine 1 m lange Rohrleitung mit einem Innendurchmesser von 5 cm besitzt im Gebiet der Molekularströmung einen (unkorrigierten) Leitwert L von etwa 17 ℓ/s, wie sich aus der entsprechenden Verbindungsgeraden der „l"-Skala mit der „d"-Skala ergibt. Der so gefundene Leitwert L muß noch mit dem Clausingfaktor γ = 0,963 (Schnittpunkt der Verbindungsgeraden mit der „γ"-Skala) multipliziert werden, um den wahren Leitwert L_m im Gebiet der Molekularströmung zu erhalten: $L_m \cdot \gamma = 17 \cdot 0{,}963 = 16{,}37$ ℓ/s

In einem Rohr von 1 m Länge und 5 cm Innendurchmesser herrscht Molekularströmung, wenn der mittlere Druck p im Rohr < $2{,}7 \cdot 10^{-3}$ mbar ist.
Zur Ermittlung des Leitwertes L* bei höheren Drücken ab $2{,}7 \cdot 10^{-3}$ mbar, also z.B. bei $8 \cdot 10^{-2}$ mbar (= $6 \cdot 10^{-2}$ Torr) verbindet man den entsprechenden Punkt auf der „p"-Skala mit dem Punkt d = 5 cm auf der „d"-Skala. Diese Verbindungsgerade schneidet die „α"-Skala in Punkt α = 5,5. Der Leitwert L* bei p = $8 \cdot 10^{-2}$ mbar beträgt: $L^* = L_m \cdot \alpha = 16{,}37 \cdot 5{,}5 = 90$ ℓ/s

Abb. 13.9
Nomogramm zur Ermittlung der Leitwerte von Rohrleitungen für Luft, bei 20 °C im gesamten Druckgebiet



Das Nomogramm gibt den Zusammenhang zwischen Nennsaugvermögen der Pumpe, Behältervolumen, Größe und Beschaffenheit der inneren Oberfläche und der Zeit, die erforderlich ist, um den Druck von 10 mbar auf 10^{-3} mbar zu senken, wieder.

Beispiel 1: Gegeben sei ein Behälter mit einem Volumen von 70 m^3 und einer inneren Oberfläche von 100 m^2; man rechne mit einer starken Gasabgabe von $2 \cdot 10^{-3}$ mbar $\cdot \ell \cdot s^{-1} \cdot m^{-2}$. Es ist zunächst die Frage zu entscheiden, ob die Pumpe mit einem Nennsaugvermögen von 1300 $m^3 \cdot h^{-1}$ hierfür überhaupt geeignet ist.

Die Linien für die betreffende Oberfläche von 100 m^2 und Gasabgabe von $2 \cdot 10^{-3}$ mbar $\cdot \ell \cdot s^{-1} \cdot m^{-2}$ ergeben einen Schnittpunkt A, der schräg nach oben auf die Linie B und dann senkrecht weiter oben auf die Kurve, die von dem Saugvermögen der Pumpe 1300 $m^3 \cdot h^{-1}$ (D) ausgeht, zu projizieren ist. Fällt die Projektion auf die Kurve innerhalb des umrandeten Kurvenfeldes (F), so ist das Saugvermögen der Pumpe ausreichend für die Gasabgabe. Die zugehörige Auspumpzeit (Erniedrigung des Drucks von 10 mbar auf 10^{-3} mbar) ergibt sich nun zu 30 min, indem man den Punkt 1300 $m^3 \cdot h^{-1}$ auf der Saugvermögensskala verbindet mit dem Punkt 70 m^3 (C) auf der Volumenskala; die Verlängerung ergibt den Schnittpunkt 30 min (E) mit der Zeitskala.

Im **Beispiel 2** ist zu ermitteln, welches Saugvermögen die Pumpe haben muß, wenn der Behälter (Volumen ca. 3 m^3) mit der Oberfläche 16 m^2 mit der schwachen Gasabgabe $8 \cdot 10^{-5}$ mbar $\cdot \ell \cdot s^{-1} \cdot m^{-2}$ in der Zeit von 10 min von 10 mbar auf 10^{-3} mbar zu evakuieren ist. Es zeigt sich, daß man es in diesem Fall mit einer Pumpe schafft, die ein Nennsaugvermögen von 150 $m^3 \cdot h^{-1}$ hat.

Abb. 13.10
Ermittlung der Auspumpzeit im Feinvakuumgebiet unter Berücksichtigung der Gasabgabe von den Wänden

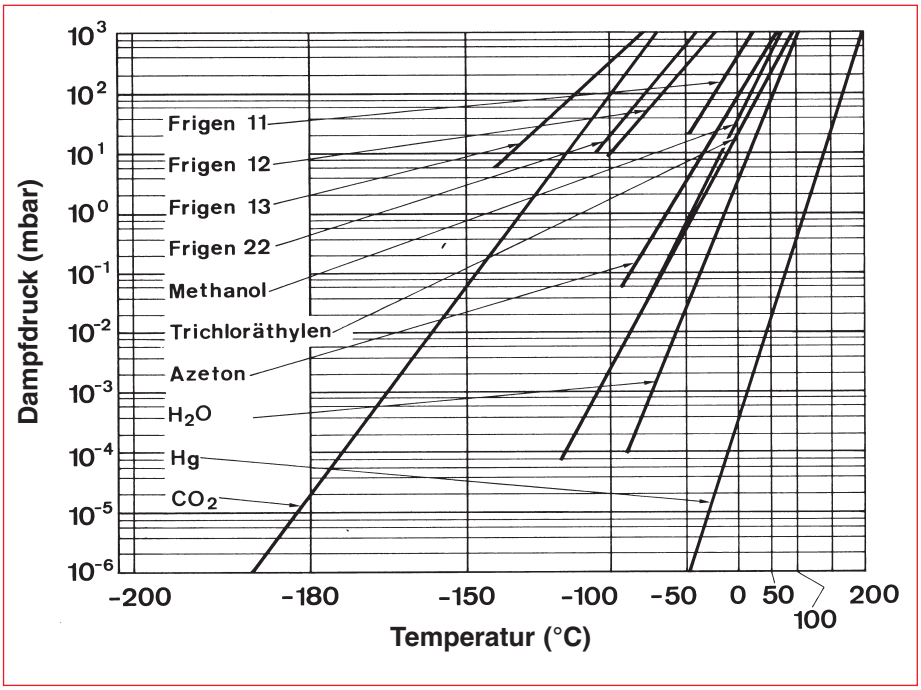


Abb. 13.11
Sättigungsdampfdruck verschiedener Stoffe

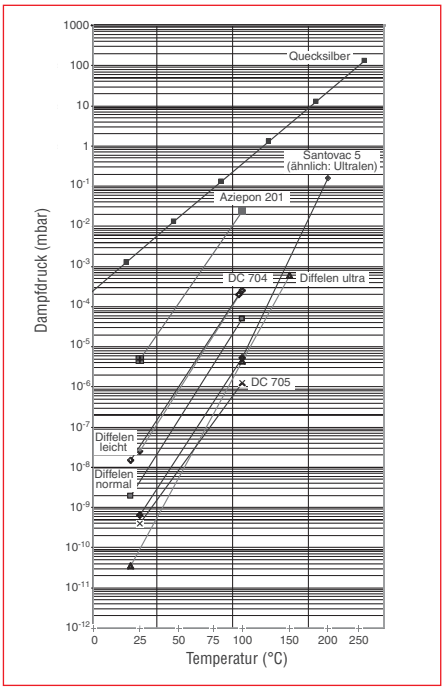


Abb. 13.12
Sättigungsdampfdruck von Treibmitteln für Öl- und Quecksilber-Treibmittelpumpen

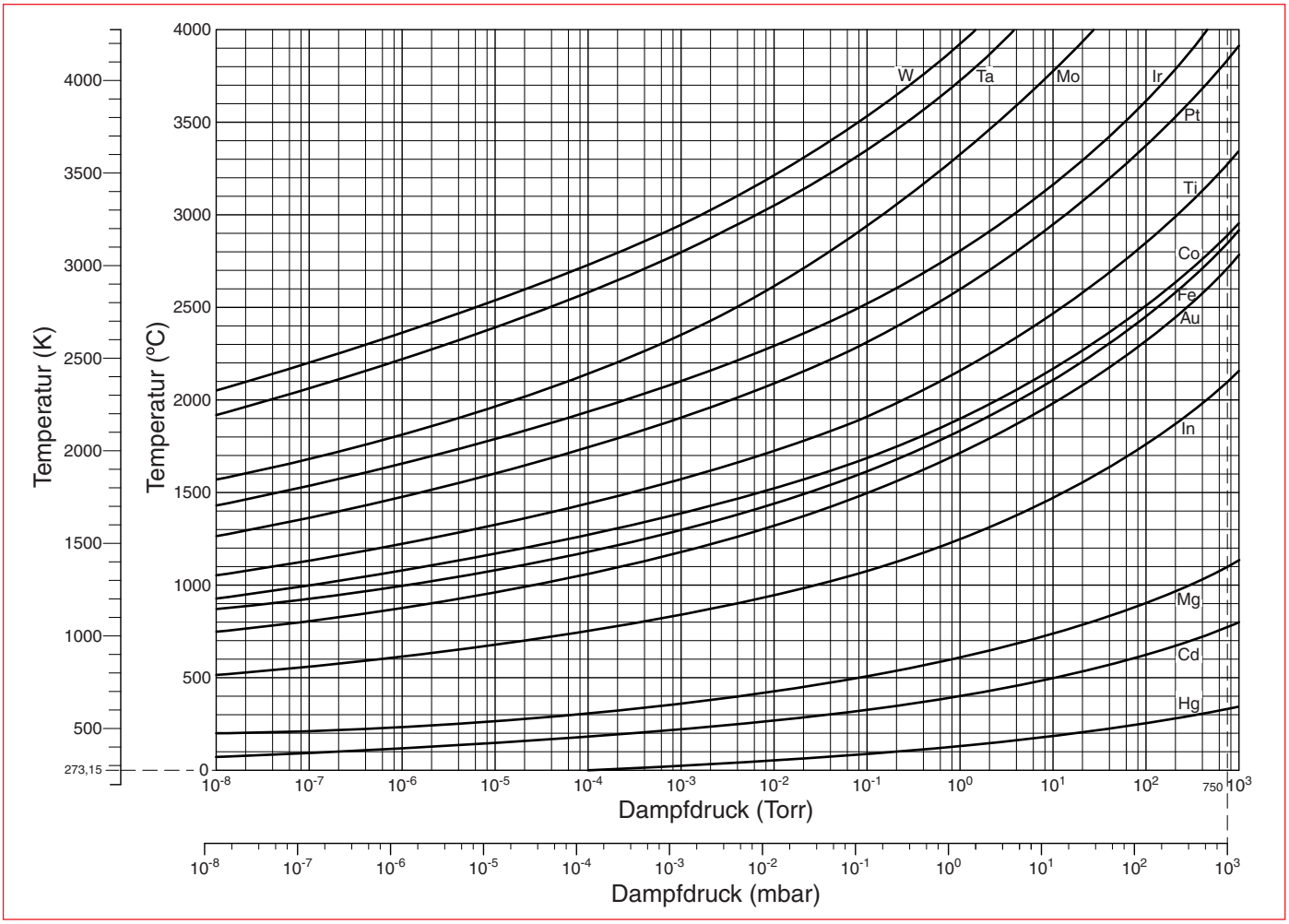


Abb. 13.13
Sättigungsdampfdruck vakuumtechnisch wichtiger Metalle

Tabellen, Formeln, Diagramme

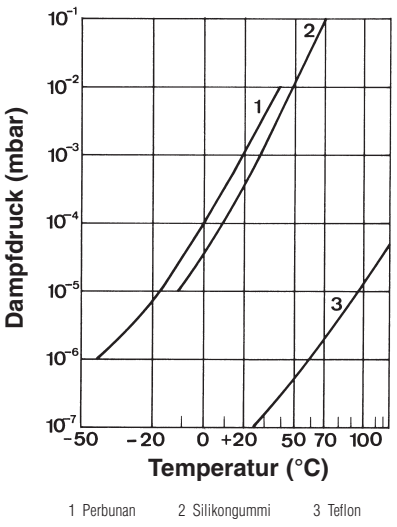


Abb. 13.14
Dampfdruck von nichtmetallischen Dichtungsmitteln (die Dampfdruckkurve für Viton liegt zwischen den Kurven für Silikongummi und Teflon)

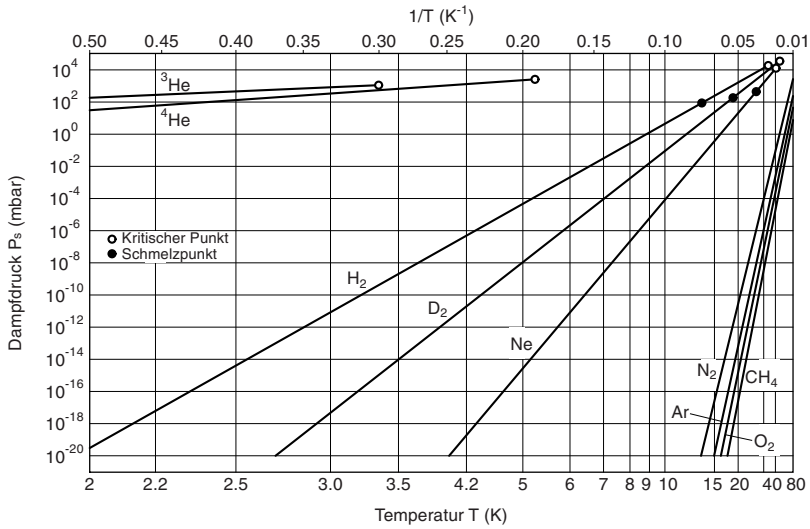


Abb. 13.15
Sättigungsdampfdrücke p_s verschiedener kryotechnisch wichtiger Stoffe im Temperaturbereich T = 2 ... 80 K

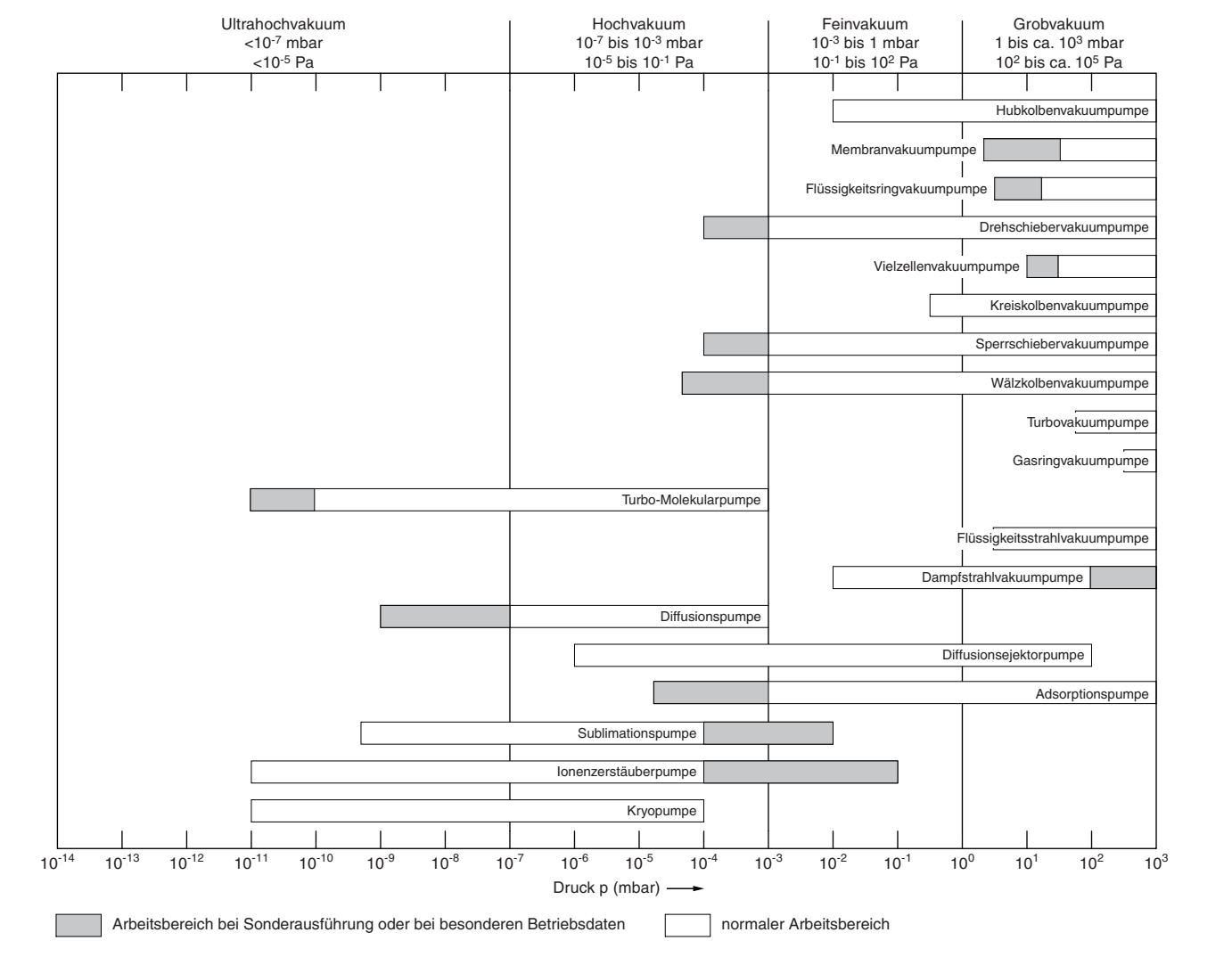


Abb. 13.16
Gebräuchliche Arbeitsbereiche von Vakuumpumpen

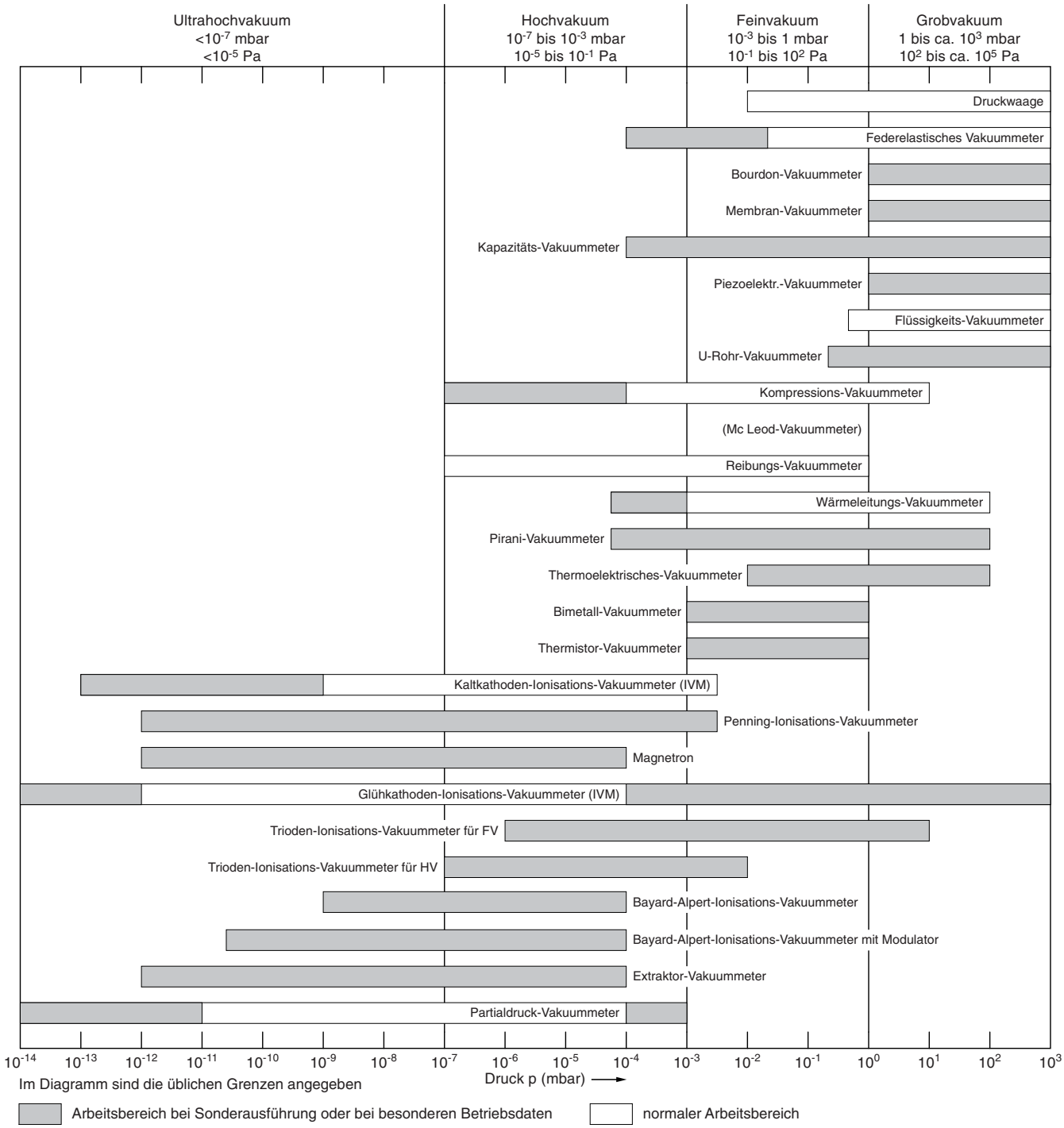


Abb. 13.16a
Meßbereiche gebräuchlicher Vakuummeter (VM) nach DIN 28400, Teil 3, 1992

Tabellen, Formeln, Diagramme

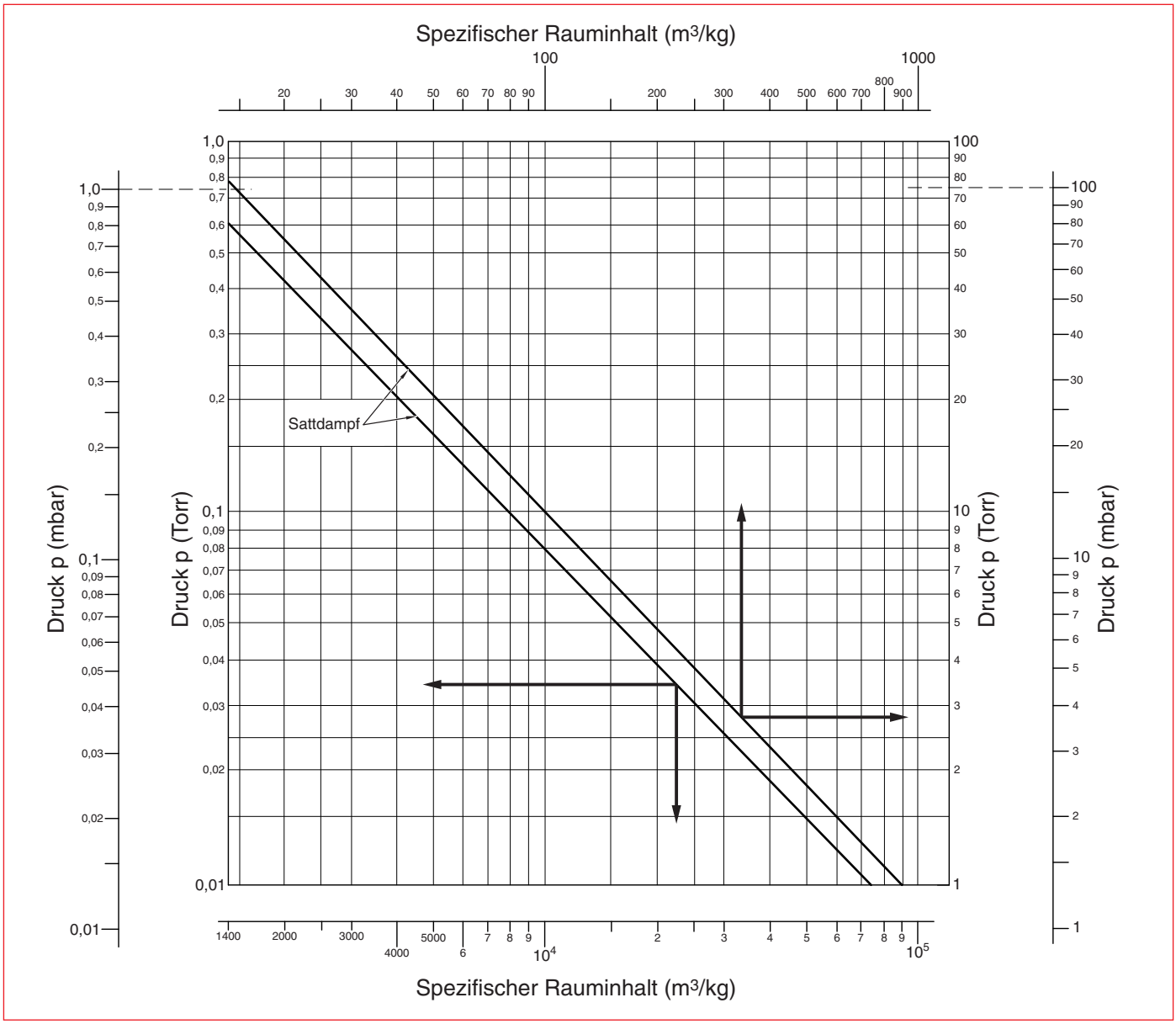


Abb. 13.17
Spezifischer Rauminhalt V_{sp} von Wasserdampf in m³/kg bei 0,013 bis 133 mbar (Sattdampf)

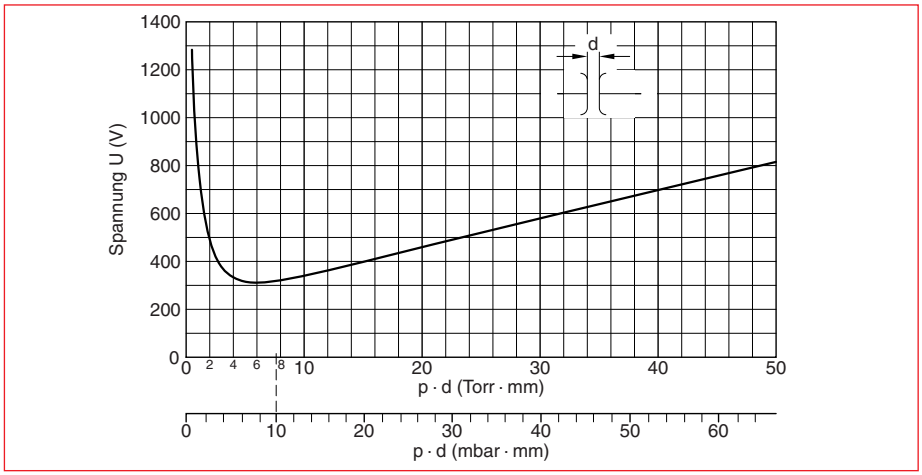


Abb. 13.18
Durchbruchspannung U zwischen parallelen Platten und bei homogenem elektrischem Feld in Abhängigkeit vom Produkt Gasdruck p · Plattenabstand d (in mm) (Paschen-Kurve). Gültig für Luft

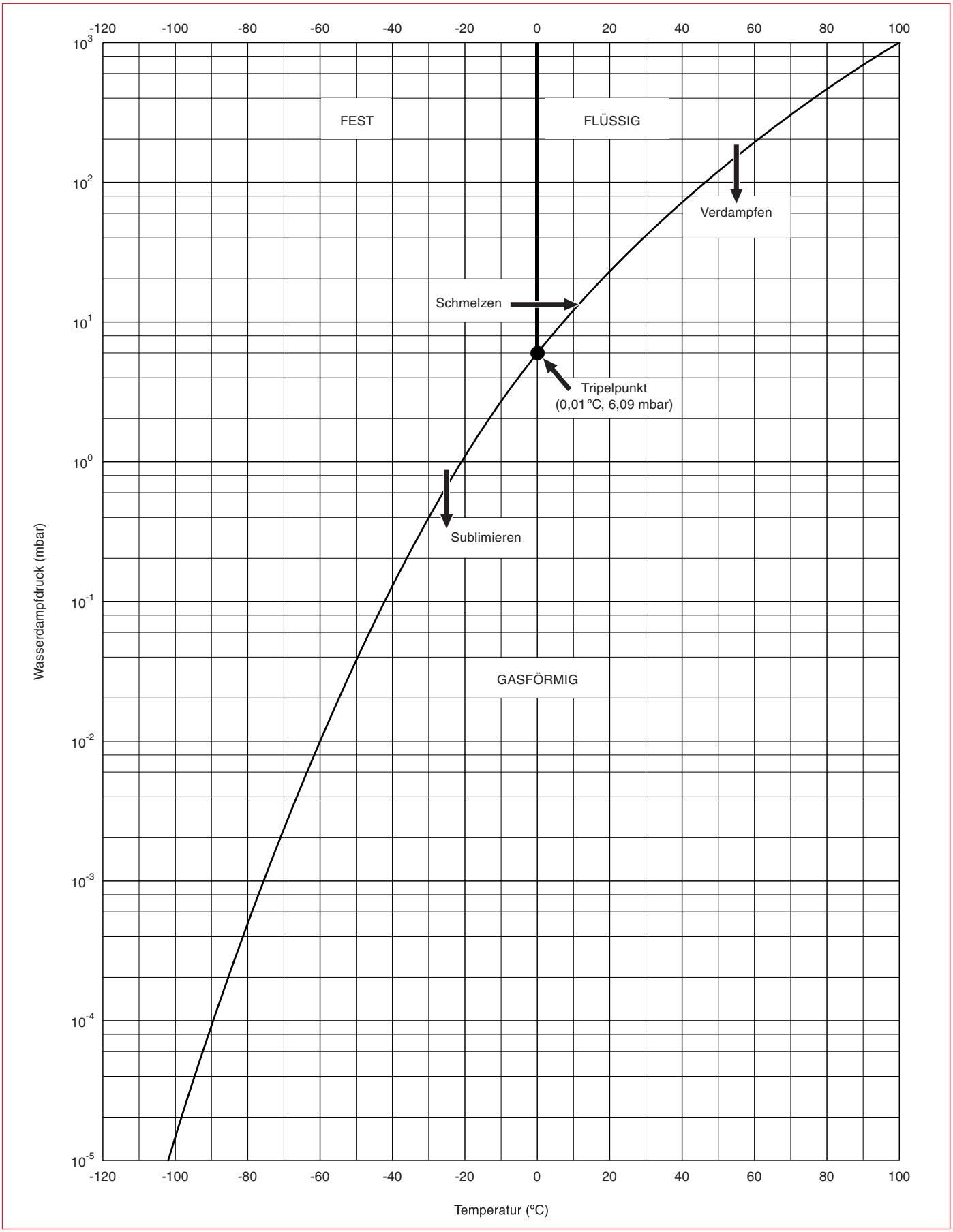


Abb. 13.19
Phasendiagramm von Wasser

14 Die gesetzlichen Einheiten in der Vakuumtechnik

14.1 Einführung

Zwei bundesdeutsche Gesetze und die dazu gehörigen Ausführungsbestimmungen legen fest, welche Einheiten im Meßwesen heute (generell seit 1.1.1978) im geschäftlichen und amtlichen Verkehr zu verwenden sind. Die Bestimmungen hatten eine Reihe z.T. grundlegender Änderungen zur Folge, die auch in der Vakuumtechnik zu beachten sind. Viele früher übliche Einheiten wie z.B. Torr, Gauß, Normkubikmeter, Atmosphäre, Poise, Kilokalorie, Kilopond etc. sind nicht mehr zugelassen. Dafür sind andere Einheiten zu nehmen, die teils neu sind, teils früher in anderen Sachgebieten verwendet wurden. In der alphabetischen Liste des Abschnittes 14.2 sind die für die Vakuumtechnik wichtigen Größen, deren Formelzeichen, sowie die nunmehr zu verwendenden Einheiten zusammengestellt, wobei die SI-Einheiten (siehe unten) und daraus abgeleitete gesetzlich zulässige Einheiten angegeben sind. Der Liste ist in Abschnitt 14.3 eine Reihe von Anmerkungen angeschlossen; diese sollen einerseits – wo dies erforderlich ist – den Zusammenhang mit dem bisher Üblichen herstellen und andererseits Erläuterungen zur praktischen Verwendung des Inhaltes der alphabetischen Liste geben.

Den gesetzlichen Einheiten im Meßwesen liegen die sieben SI-Basis-Einheiten des „Internationalen Einheitensystems“ (SI) zu Grunde.

Gesetzliche Einheiten sind:

a) Die Basis SI-Einheiten (Tabelle 14.4.1)

b) Aus den Basis-SI-Einheiten abgeleitete Einheiten, z.T. mit besonderen Namen und Einheitenzeichen (Tabellen 14.4.2 und 14.4.4)

c) Atomphysikalische Einheiten (Tabelle 14.4.3)

d) Dezimale vielfache und dezimale Teile von Einheiten, einige mit besonderen Namen

Beispiele: 10^5 N · m^{-2} = 1 bar (Bar);
1 dm^3 = 1 ℓ (Liter);
10^3 kg = 1 t (Tonne).

Ausführliche Darstellungen sind die Publikationen von W. Haeder und E. Gärtner (DIN), von IUPAP 1987 und von S. German, P. Draht (PTB). Diese sollten immer zu Rate gezogen werden, wenn die vorliegende, auf die Vakuumtechnik zugeschnittene Zusammenstellung noch Fragen offen läßt.

14.2 Alphabetische Liste [1] von Größen, Formelzeichen und Einheiten, die in der Vakuumtechnik und ihren Anwendungen häufig vorkommen (siehe auch DIN 28402)

[1] Der Liste liegen Ausarbeitungen von Prof. Dr. I. Lückert zugrunde, worauf hier mit Dank hingewiesen wird

Nr.	Größe	Formelzeichen	SI-Einheit	Bevorzugte gesetzliche Einheiten	Nr. der Anmerkung in Abschnitt 14.3	Hinweis
1	Aktivität (einer radioaktiven Substanz)	A	s^{-1} (B_q)	s^{-1}	3/1	
2	(Allgemeine Gaskonstante)				–	s. Nr. 73
3	Arbeit	W	J	J, kJ, kWh, Ws		
4	Atomare Masseneinheit	m_u	kg	kg, µg		s. Tabelle 13.5
5	Avogadro-Konstante	N_A	mol^{-1}	mol^{-1}		
6	Beschleunigung	a	$m \cdot s^{-2}$	$m \cdot s^{-2}$, $cm \cdot s^{-2}$		
7	Boltzmann-Konstante	k	$J \cdot K^{-1}$	$j \cdot K^{-1}$, $mbar \cdot l \cdot K^{-1}$		s. Tabelle 13.5
8	Celsius-Temperatur	ϑ (sprich: Teta)	–	°C	3/2	
9	Dampfdruck	p_d	$N \cdot m^{-2}$, Pa	mbar, bar	3/3	Pa = Pascal
10	Dauer (Zeit-)	t	s	s, min, h		s. Tab. 14.4.4
11	Dichte (Gasdichte)	ρ (sprich: Ro)	$kg \cdot m^{-3}$	$kg \cdot m^{-3}$, $g \cdot cm^{-3}$	3/6	
12	Dielektrizitätskonstante	ε (sprich: Epsilon)	$F \cdot m^{-1}$	$F \cdot m^{-1}$, $As \cdot V^{-1} \cdot m^{-1}$		F = Farad
13	Diffusionskoeffizient	D	$m^2 \cdot s^{-1}$	$m^2 \cdot s^{-1}$, $cm^2 \cdot s^{-1}$		
14	Drehimpuls	L	$N \cdot s \cdot m$	$N \cdot s \cdot m$		
15	Drehmoment	M	$N \cdot m$	$N \cdot m$, $kN \cdot m$		
16	Drehzahl, Drehfrequenz	n, f	s^{-1}	s^{-1}, min^{-1}		
17	Druck in Fluiden	p	$N \cdot m^{-2}$, Pa	bar, mbar	3/3	Pa = Pascal
18	Druck als mechanische Spannung	p	$N \cdot m^{-2}$, Pa	$N \cdot mm^{-2}$	3/4	
19	Durchmesser	d	m	cm, mm		
20	Dynamische Viskosität	η (sprich: Eta)	Pa · s	mPa · s	3/5	
21	Effektivdruck	p_e	$N \cdot m^{-2}$, Pa	mbar	3/3	siehe auch Nr. 126
22	Elektrische Feldstärke	E	$V \cdot m^{-1}$	$V \cdot m^{-1}$		
23	Elektrische Kapazität	C	F	F, µF, pF		F = Farad
24	Elektrische Leitfähigkeit	σ (sprich: Sigma)	$S \cdot m^{-1}$	$S \cdot m^{-1}$		
25	Elektrischer Leitwert	G	S	S		S = Siemens
26	Elektrische Spannung	U	V	V, mV, kV		
27	Elektrische Stromdichte	S	$A \cdot m^{-2}$	$a \cdot m^{-2}$, $A \cdot cm^{-2}$		
28	Elektrische Stromstärke	I	A	A, mA, µA		
29	Elektrischer Widerstand	R	Ω (sprich: Ohm)	Ω, kΩ, MΩ		
30	Elektrizitätsmenge (Elektrische Ladung)	Q	C	C, As		C = Coulomb
31	Elektronenruhmasse	m_e	kg	kg, g		s. Tabelle 13.5
32	Elementarladung	e	C	C, As		
33	Enddruck	p_{end}	$N \cdot m^{-2}$, Pa	mbar		
34	Energie	E	J	J, kJ, kWh, eV		J = Joule
35	Energiedosis	D	$J \cdot k^{-1}$		3/5 a	

Gesetzliche Einheiten

Nr.	Größe	Formel-zeichen	SI-Einheit	Bevorzugte gesetzliche Einheiten	Nr. der Anmerkung in Abschnitt 14.3	Hinweis
36	Fallbeschleunigung	g	$m \cdot s^{-2}$	$m \cdot s^{-2}$		s. Tabelle 13.5
37	Fläche	A	m^2	m^2, cm^2		
38	Flächenbezogene Stoßrate	Z_A	$m^{-2} \cdot s^{-1}$	$m^{-2} \cdot s^{-1}$; $cm^{-2} \cdot s^{-1}$		
39	Frequenz	f	Hz	Hz, kHz, MHz		
40	Gasdurchlässigkeit	Q_{perm}	$\frac{m^3\ (NTP)}{m^2 \cdot s \cdot Pa}$	$\frac{cm^3\ (NTP)}{m^2 \cdot d \cdot bar}$	3/19	d = Tag s. Tab. 14.4.4 s. Nr. 73 u. Nr. 103
41	Gaskonstante	R				
42	Geschwindigkeit	v	$m \cdot s^{-1}$	$m \cdot s^{-1}$, $mm \cdot s^{-1}$, $km \cdot h^{-1}$		
43	Gewicht (Masse)	m	kg	kg, g, mg	3/6	
44	Gewichtskraft	G	N	N, kN	3/7	
45	Höhe	h	m	m, cm, mm		
46	Hub	s	m	cm		siehe auch Nr. 139
47	Ionendosis	J	$C \cdot kg^{-1}$	$c \cdot kg^{-1}$, $C \cdot g^{-1}$	3/8	
48	Impuls	$\hat{p}$ (b)	$N \cdot s$	$N \cdot s$		
49	Induktivität	L	H	H, mH		H = Henry
50	Isentropenexponent	κ (sprich: Kappa)	–	–		$\kappa = c_p \cdot c_v^{-1}$
51	Isobare molare Wärmekapazität	C_{mp}	$J \cdot mol^{-1} \cdot K^{-1}$	$J \cdot mol^{-1} \cdot K^{-1}$		
52	Isobare spezifische Wärmekapazität	c_p	$J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$	$J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$		
53	Isochore molare Wärmekapazität	C_{mv}	$J \cdot mol^{-1} \cdot K^{-1}$			
54	Isochore spezifische Wärmekapazität	c_v	$J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$	$J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$		
55	Kinematische Viskosität	ν (sprich: Nü)	$m^2 \cdot s^{-1}$	$mm^2 \cdot s^{-1}$, $cm^2 \cdot s^{-1}$	3/9	
56	Kinetische Energie	E_K	J	J		
57	Kraft	F	N	N, kN, mN	3/10	N = Newton
58	Länge	l	m	m, cm, mm	3/11	
59	Längenausdehnungskoeffizient	α (sprich: Alpha)	$\frac{m}{m \cdot K}$	$\frac{m}{m \cdot K}$; K^{-1}		
60	Leckrate	q_L	$N \cdot m \cdot s^{-1}$	$\frac{mbar \cdot l}{s}$; $\frac{cm^3}{s}$ (NTP)	3/12	
61	Leistung	P	W	W, kW, mW		
62	Magnetische Feldstärke	H	$A \cdot m^{-1}$	$A \cdot m^{-1}$	3/13	
63	Magnetische Flußdichte	B	T	T	3/14	T = Tesla
64	Magnetischer Fluß	Φ (sprich: Phi)	Wb, $V \cdot s$	$V \cdot s$	3/15	Wb = Weber
65	Magnetische Induktion	B	T	T		s. Nr. 63
66	Masse	m	kg	kg, g, mg	3/16	
67	Massendurchfluß (Massenstrom)	q_m	$kg \cdot s^{-1}$	$kg \cdot s^{-1}$, $kg \cdot h^{-1}$, $g \cdot s^{-1}$		
68	Massengehalt	w_i	$kg \cdot kg^{-1}$	%, ‰, ppm		ppm = **p**arts **p**er **m**illion
69	Massenkonzentration	ρ_i (sprich: Ro-i)	$kg \cdot m^{-3}$	$kg \cdot m^{-3}$, $g \cdot m^{-3}$, $g \cdot cm^{-3}$		
70	Massenträgheitsmoment	J	$kg \cdot m^2$	$kg \cdot m^2$		
71	Mittlere freie Weglänge	λ	m	m, cm		
72	Molalität	b_i	$mol \cdot kg^{-1}$	$mol \cdot kg^{-1}$		
73	Molare Gaskonstante	R	$\frac{J}{mol \cdot K}$	$mbar \cdot \ell$		s. Tabelle 13.5
74	Molare Masse (Stoffmengenbez. Masse)	M	$kg\ mol^{-1}$	$kg \cdot kmol^{-1}$, $g \cdot mol^{-1}$		
75	Molares Volumen	V_m	$m^3 \cdot mol^{-1}$	$m^3 \cdot mol^{-1}$, $l \cdot mol^{-1}$		
76	Molares Normvolumen	V_{mn}	$m^3 \cdot mol^{-1}$	$m^3 \cdot mol^{-1}$ (NTP) $l \cdot mol^{-1}$ (NTP)		s. Tabelle 13.5
77	Molekülmasse	m	kg	g		
78	Normalspannung (mech.)	σ (sprich: Sigma)	$N \cdot m^{-2}$	$N \cdot mm^{-2}$		
79	Normdichte eines Gases	ρ_n (sprich: Ro-en)	$kg \cdot m^{-3}$	$kg \cdot m^{-3}$, $g \cdot cm^{-3}$		
80	Normdruck	p_n	$N \cdot m^{-2}$, Pa	mbar		s. Tabelle 13.5
81	Normvolumen	V_n	m^3	m^3 (NTP), cm^3 (NTP)	3/17	
82	Partialdruck	p_i	$N \cdot m^{-2}$, Pa	mbar	3/18	
83	Periodendauer	T	s	s, ms, µs		
84	Permeationskoeffizient	P	$\frac{m^3 \cdot m}{s \cdot m^2 \cdot bar}$	$\frac{cm^2}{s \cdot mbar}$	3/19	
85	Planck-Konstante	h	$J \cdot s$	$J \cdot s$		s. Tabelle 13.5
86	pV-Durchfluß	q_{pV}	$N \cdot m \cdot s^{-1}$	$mbar \cdot \ell \cdot s^{-1}$	3/20	
87	pV-Wert	pV	$N \cdot m$	$mbar \cdot \ell$	3/20	
88	Radius (auch Molekülradius)	r	m	cm, mm, µm		
89	Raumladungsdichte	ρ (sprich: Ro)	$C \cdot m^{-3}$	$C \cdot m^{-3}$, $As \cdot m^{-3}$		
90	Raumwinkel	Ω (sprich: Omega)	sr	sr		sr = Steradiant
91	Relative Atommasse	A_T	–	–	3/21	reine Zahl
92	Relative Molekülmasse	M_r	–	–	3/22	reine Zahl
93	Relative Teilchenmasse	M_r	–	–		reine Zahl
94	Restdampfdruck	p_{rd}	$N \cdot m^{-2}$, Pa	mbar		
95	Restgasdruck	p_{rg}	$N \cdot m^{-2}$, Pa	mbar		
96	Resttotaldruck (Restdruck)	p_r	$N \cdot m^{-2}$, Pa	mbar		
97	Reynoldszahl	Re	–	–		reine Zahl
98	Sättigungsdampfdruck	p_s	$N \cdot m^{-2}$, Pa	mbar		
99	Saugleistung	q_{pV}, Q	$N \cdot m \cdot s^{-1}$	$mbar \cdot \ell \cdot s^{-1}$		
100	Saugvermögen	S	$m^3 \cdot s^{-1}$	$m^3 \cdot h^{-1}$, $\ell \cdot s^{-1}$		s. Nr. 132
101	Spannung (mech.)	ρ, σ, τ (sprich: Ro, Sigma, Tau)	$N \cdot m^{-2}$	$N \cdot m^{-2}$, $N \cdot mm^{-2}$	3/4	s. Nr. 18
102	Spezifische Elektronenladung	$-e \cdot m_e^{-1}$	$C \cdot kg^{-1}$	$C \cdot kg^{-1}$, $As \cdot kg^{-1}$		s. Tabelle 13.5
103	Spezifische Gaskonstante	R_i	$J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$	$\frac{mbar \cdot \ell}{kg \cdot K}$	3/23	
104	Spezifische Ionenladung	$e \cdot m^{-1}$	$C \cdot kg^{-1}$	$C \cdot kg^{-1}$, $As \cdot kg^{-1}$		

Gesetzliche Einheiten

Nr.	Größe	Formel-zeichen	SI-Einheit	Bevorzugte gesetzliche Einheiten	Nr. der Anmerkung in Abschnitt 14.3	Hinweis
105	Spezifischer elektrischer Widerstand	ρ (sprich: Ro)	$\Omega \cdot m$	$\Omega \cdot cm$, $\Omega \cdot mm^2 \cdot m^{-1}$		
106	Spezifisches Volumen	v	$m^3 \cdot kg^{-1}$	$m^3 \cdot kg^{-1}$; $cm^3 \cdot g^{-1}$		
107	Spezifische Wärmekapazität	c	$J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$	$J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$, $J \cdot g^{-1} \cdot K^{-1}$	3/24	
108	Stefan-Boltzmann-Konstante	σ (sprich: Sigma)	$\frac{W}{m^2 \cdot K^4}$	$\frac{W}{m^2 \cdot K^4}$		s. Tabelle 13.5
109	Stoffmenge	ν (sprich: Nü)	mol	mol, kmol		
110	Stoffmengendurchfluß	q_v	$mol \cdot s^{-1}$	$mol \cdot s^{-1}$		
111	Stoffmengenkonzentration	c_i	$mol \cdot m^{-3}$	$mol \cdot m^{-3}$, $mol \cdot l^{-1}$		für Stoff „i“
112	Stoßrate	Z	s^{-1}	s^{-1}		
113	Leitwert (Strömungswert)	L, C	$m^3 \cdot s^{-1}$	$m^3 \cdot s^{-1}$, $\ell \cdot s^{-1}$		engl. C für conductance
114	Strömungswiderstand	R	$s \cdot m^{-3}$	$s \cdot m^{-3}$, $s \cdot \ell^{-1}$		
115	Teilchenanzahl	N	–	–		reine Zahl
116	Teilchenanzahldichte (volumenbezogen)	n	m^{-3}	cm^{-3}		
117	Teilchendurchfluß (-rate) (zeitbezogen)	q_N	s^{-1}	s^{-1}		s. Nr. 120
118	Teilchendurchflußdichte	j_N	$m^{-2} \cdot s^{-1}$	$m^{-2} \cdot s^{-1}$, $cm^{-2} \cdot s^{-1}$		s. Nr. 121
119	Teilchenmasse	m	kg	kg, g		
120	Teilchenstrom	q_N	s^{-1}	s^{-1}		s. Nr. 117
121	Teilchenstromdichte	j_N	$m^{-2} \cdot s^{-1}$	$m^{-2} \cdot s^{-1}$, $cm^{-2} \cdot s^{-1}$		s. Nr. 118
122	Thermodyn. Temperatur	T	K	K, mK		
123	Temperaturdifferenz	ΔT, $\Delta\vartheta$	K	K, °C	3/25	
124	Temperaturleitfähigkeit	a	$m^2 \cdot s^{-1}$			$a = \lambda \cdot \rho^{-1} \cdot c_p$
125	Totaldruck	p_t	$N \cdot m^{-2}$, Pa	mbar	3/3	
126	Überdruck	p_e	$N \cdot m^{-2}$, Pa	mbar	3/3	
127	Umgebungsdruck	P_{amb}	$N \cdot m^{-2}$, Pa	mbar, bar	3/3	
128	Vakuum-Lichtgeschwindigkeit	c	$m \cdot s^{-1}$	$m \cdot s^{-1}$, $km \cdot s^{-1}$		s. Tabelle 13.5
129	Verdampfungswärme	L_d	J	kJ		
130	Viskosität, dynamische	η (sprich: Eta)	$Pa \cdot s$	$mPa \cdot s$		s. Nr. 20
131	Volumen	V	m^3	m^3, ℓ, cm^3		
132	Volumendurchfluß (Volumenstrom)	q_v	$m^3 \cdot s^{-1}$	$m^3 \cdot h^{-1}$, $\ell \cdot s^{-1}$		
133	Volumenkonzentration	σ_i (sprich: Sigma-i)	$m^3 \cdot m^{-3}$	$\ell \cdot \ell^{-1}$, %, ‰, ppm		ppm = **p**arts **p**er **m**illion
134	Volumenstoßrate	Z_v	$s^{-1} \cdot m^{-3}$	$s^{-1} \cdot m^{-3}$, $s^{-1} \cdot cm^{-3}$		
135	Wärmemenge	Q	J	J, kJ, kWh, Ws	3/26	
136	Wärmekapazität	C	$J \cdot K^{-1}$	$J \cdot K^{-1}$, $kJ \cdot K^{-1}$		
137	Wärmeleitfähigkeit	λ (sprich: Lambda)	$\frac{W}{K \cdot m}$	$\frac{W}{K \cdot m}$		
138	Wärmeübergangskoeffizient	α (sprich: Alpha)	$\frac{W}{K \cdot m^2}$			
139	Weglänge	s	m	m, cm		
140	Wellenlänge	λ (sprich: Lambda)	m	nm	3/11	
141	Winkel (ebener)	α, β, γ rad (sprich: Alpha, Beta, Gamma)	rad	rad, °, ‘, ‘’	3/27	rad = Radiant
142	Winkelbeschleunigung	α (sprich: Alpha)	$rad \cdot s^{-2}$	$rad \cdot s^{-2}$		
143	Winkelgeschwindigkeit	ω (sprich: Omega)	$rad \cdot s^{-1}$	$rad \cdot s^{-1}$		
144	Wirkungsgrad	η (sprich: Eta)	–	–		reine Zahl
145	Zeit	t	s	s, min, h, nn, mn		s. Tab. 14.4.4
146	Zeitspanne	t, Δt	s	s, min, h		s. Tab. 14.4.4

14.3 Anmerkungen zur alphabetischen Liste des Abschnitts 14.2

3/1: Aktivität

Bisherige Einheit Curie (Ci).

1 Ci = 3,7 · 10^{10} · s^{-1} = 37 ns^{-1}.

3/2: (°C) Celsius-Temperatur

Grad Celsius (°C) ist ein besonderer Name für die SI-Einheit Kelvin (K) [s. Nr. 122] bei Angabe von Celsius-Temperaturen. Grad Celsius ist gesetzlich zugelassen.

3/3: Druck

Hier ist die Neufassung von DIN 1314 zu beachten. Die Festlegungen dieser Norm beziehen sich in erster Linie auf Fluide (Flüssigkeiten, Gase, Dämpfe). In DIN 1314 wird neben der (abgeleiteten) SI-Einheit 1 Pa = 1 N · m^{-2} als besonderer Name für den zehnten Teil des Megapascal (MPa) das Bar (bar) angegeben: 1 bar = 0,1 MPa = 10^5 Pa. Dies ist in Übereinstimmung mit ISO/1000 (11/92). Demgemäß ist auch die für die Vakuumtechnik sehr zweckmäßige Einheit Millibar (mbar) zulässig: **1 mbar = 10^2 Pa = 0,75 Torr**. Die Einheit „Torr" ist nicht mehr zugelassen.

Zur besonderen Beachtung!

In der Vakuumtechnik werden ausschließlich Absolutdrücke gemessen und mit diesen wird auch gerechnet.
In der Druck- und Hochdrucktechnik wird vielfach mit Drücken gearbeitet, die auf den jeweiligen Atmosphärendruck (Umgebungsdruck) p_{amb} bezogen werden. Nach DIN 1314 wird die Differenz zwischen einem Druck p und dem jeweiligen Atmosphärendruck (Umgebungsdruck) p_{amb} als Überdruck p_e bezeichnet: $p_e = p - p_{amb}$. Der Überdruck kann positive und negative Werte annehmen.

Umrechnungen

1 kg · cm^{-2} = 980,665 mbar = **981 mbar**

1 at (technische Atmosphäre) = 980,665 mbar = **981 mbar**

1 atm (physikalische Atmosphäre) = 1013,25 mbar = 1013 mbar

1 atü (Atmosphäre Überdruck) = 2026,50 mbar = 2 bar.

1 Torr = 1 mm Hg = $\frac{1 \text{ atm}}{760}$ = 133,322 Pa = 1,333 mbar

1 mWS (Meter-Wassersäule) = 9806,65 Pa = 98 mbar

1 mm Hg = 133,332 Pa = 1,333 mbar = 4/3 mbar

Der Druck als mechanische Spannung (Festigkeit) wird generell in Pascal (Pa) und in N · nm^{-2} angegeben.

Umrechnungen:

1 Pa = 1 N · m^{-2} = 10^{-6} N · mm^{-2}

1 kg · cm^{-2} = 98100 Pa = 0,981 N · mm^{-2} = 0,1 N mm^{-2}

1 kg · mm^{-2} = 9.810.000 Pa = 9,81 N · mm^{-2} = 10 N · mm^{-2}

3/5: Dynamische Viskosität

Bisherige Einheit Poise (P)

1 P = 0,1 Pa · s = 1 g · cm^{-1} · s^{-1}

3/5a: Energiedosis

Rad (rd) ist nicht mehr zulässig.

1 rd = $\frac{1}{100}$ J · kg^{-1}

3/6: Gewicht

Hier ist DIN 1305 zu beachten. Das Wort Gewicht soll (wegen seiner bisherigen Mehrdeutigkeit) **nur** noch als Benennung einer Größe von der Art einer Masse im Sinne eines Wägeergebnisses zur Angabe von Warenmengen verwendet werden.

Die Bezeichnungen „spezifisches Gewicht" und „Wichte" sollen nicht mehr verwendet werden. Dafür soll **Dichte** gesagt werden.

3/7: Gewichtskraft

Siehe DIN 1305. Die bisherigen Einheiten Pond (p) und Kilopond (kp) sowie weitere dezimale Vielfache von p werden nicht mehr verwendet.

1 kp = 9,81 N

3/8: Ionendosis

Bisher verwendete Einheit war das Röntgen (R). 1 R = 2,58 · 10^{-4} C · kg^{-1}

3/9: Kinematische Viskosität

Bisher verwendete Einheit Stokes (St)

1 St = 1 cm^2 · s^{-1}; 1 cSt = 1 mm^2 · s^{-1}

3/10: Kraft

Die CGS-Einheit Dyn (dyn) für die Kraft entfällt.

1 dyn = 10^{-5} N

3/11: Länge/Wellenlänge

Die Einheit Ångström (Å) (z. B. für Wellenlänge) soll in Zukunft entfallen.
1 Å = 10^{-8} cm = 0,1 nm

3/12: Leckrate

In DIN 40.046 Blatt 102 (Entw. Ausgabe August 1973) wird für die Leckrate die Einheit mbar · dm^3 · s^{-1} (= mbar · ℓ · s^{-1}) verwendet. Es sei bemerkt, daß die der Einheit 1 mbar · ℓ · s^{-1} bei 20 °C entsprechende Leckrate praktisch gleich der Leckrate 1 cm^3 · s^{-1} (NTP) ist. (S. auch 3/17).

3/13: Magnetische Feldstärke

Bisherige Einheit Oersted (Oe)
1 Oe = 79,577 A · m^{-1}

3/14: Magnetische Flußdichte

Bisherige Einheit Gauß (G).
1 G = 10^{-4} Vs · m^{-2} = 10^{-4} T (T = Tesla)

3/15: Magnetischer Fluß

Bisherige Einheit Maxwell (M)
1 M = 10^{-8} Wb (Weber)

3/16: Masse

Siehe auch DIN 1315 und Anmerkung 3.6.

3/17: Normvolumen

DIN 1343 ist zu beachten.

Es wird die Bezeichnung m^3 (NTP) oder m^3 (p_n , T_n) vorgeschlagen, wobei der Klammerausdruck nicht zu dem Einheitenzeichen m^3 gehört, sondern als ein Hinweis darauf zu verstehen ist, daß es sich um das Volumen eines Gases im Normzustand (T_n = 273 K, p_n = 1013 mbar) handelt.

Die früher üblich gewesenen Bezeichnungen und Schreibweisen wie Nm^3 für Normkubikmeter, Nℓ für Normliter u. s. w. sind nicht mehr zulässig.

Gesetzliche Einheiten

3/18: Partialdruck

Der Index „i“ soll darauf hindeuten, daß es sich um den Teildruck des „i“-ten Gases handelt, das in einer Gasmischung enthalten ist.

3/19: Gasdurchlässigkeit

Der **Permeationskoeffizient** ist definiert als der Gasstrom $m^3 \cdot s^{-1}$ (Volumenstrom p_V), der bei gegebener Druckdifferenz (bar) durch eine feste Probe gegebener Fläche (m^2) und Dicke (m) hindurchgeht.

Die **Gasdurchlässigkeit** ist nach DIN 53.380 und DIN 7740, Blatt 1, Beiblatt, „gekennzeichnet durch das auf 0 °C und 760 Torr umgerechnete Volumen eines Gases, das während eines Tages (= 24 Stunden) bei einer bestimmten Temperatur und einem bestimmten Druckgefälle durch 1 m^2 des zu prüfenden Erzeugnisses hindurchgeht“.

3/20: pV-Durchfluß/pV-Wert

Hier ist DIN 28.400, Blatt 1 zu berücksichtigen.

Nr. 86 und Nr. 87 haben quantitativ nur dann einen physikalischen Sinn, wenn jeweils die Temperatur angegeben wird.

3/21: Relative Atommasse

Bisher mißverstehbar „Atomgewicht“ genannt!

3/22: Relative Molekülmasse

Bisher mißverstehbar „Molekulargewicht“ genannt!

3/23: Spezifische Gaskonstante

Als massenbezogene Gaskonstante des Stoffes „i“. $R_i = R_m \cdot M_i^{-1}$; M_i Molare Masse (Nr. 74) des Stoffes „i“. Siehe auch DIN 1345.

3/24: Spezifische Wärmekapazität

Auch spezifische Wärme genannt:

Spezifische Wärme(-Kapazität) bei konstantem Druck: c_p.

Spezifische Wärme(-Kapazität) bei konstantem Volumen: c_v.

3/25: Temperaturdifferenz

Temperaturdifferenzen werden in K angegeben, können aber auch in °C ausgedrückt werden. Die Bezeichnung Grad (grd) ist nicht mehr zulässig.

3/26: Wärmemenge

Die Einheiten Kalorie (cal) und Kilokalorie (kcal) entfallen in Zukunft.

1 kcal = 4,2 kJ.

3/27: Winkel

1 Radiant (rad) ist gleich dem ebenen Winkel, der als Zentriwinkel eines Kreises mit dem Halbmesser 1 m aus dem Kreis einen Bogen von der Länge 1 m ausschneidet. Siehe auch DIN 1315.

$1° = \frac{\pi}{180}$ rad: 1’ = 1°/60; 1” = 1’/60.

$1 \text{ rad} = \frac{360°}{2\pi} \cdot 60°$

14.4 Tabellen

14.4.1: SI-Basiseinheiten

Basiseinheit	Einheitenzeichen	Basisgrößen
Meter	m	Länge
Kilogramm	kg	Masse
Sekunde	s	Zeit, Zeitspanne; Dauer
Ampere	A	Elektr. Stromstärke
Kelvin	K	Thermodyn. Temperatur
Mol	mol	Stoffmenge
Candela	cd	Lichtstärke

14.4.2: Abgeleitete kohärente [1] SI-Einheiten mit besonderen Namen und Einheitenzeichen (alphabetisch)

Name der Einheit	Einheitenzeichen	Größe	Beziehung
Coulomb	C	Elektrizitätsmenge oder elektrische Ladung	$1\ C = 1\ A \cdot s$
Farad	F	Elektrische Kapazität	$1\ F = 1\ A \cdot s \cdot V^{-1}$
Henry	H	Induktivität	$1\ H = 1\ V \cdot s \cdot A^{-1}$
Hertz	Hz	Frequenz, Periodenfrequenz	$1\ Hz = 1 \cdot s^{-1}$
Joule	J	Energie, Arbeit, Wärmemenge	$1\ J = 1\ N \cdot m = Ws$
Lumen	lm	Lichtstrom	$1\ lm = cd \cdot sr$
Lux	lx	Beleuchtungsstärke	$1\ lx = 1\ lm \cdot m^{-2}$
Newton	N	Kraft	$1\ N = 1\ kgm \cdot s^{-2}$
Ohm	Ω	Elektrischer Widerstand	$1\ \Omega = 1\ V \cdot A^{-1}$
Pascal	Pa	Druck, Mechanische Spannung	$1\ Pa = 1\ N \cdot m^{-2}$
Radiant	rad [2]	Winkel, Ebener Winkel	$1\ rad = 1\ m \cdot m^{-1}$
Siemens	S	Elektrischer Leitwert	$1\ S = 1 \cdot \Omega^{-1}$
Steradiant	sr [2]	Räumlicher Winkel, Raumwinkel	$1\ sr = 1\ m^2 \cdot m^{-2}$
Tesla	T	Magnetische Flußdichte oder Induktion	$1\ T = 1\ Wb \cdot m^{-2}$
Volt	V	Elektrische Spannung oder Elektrische Potentialdifferenz	$1\ V = 1\ W \cdot A^{-1}$
Watt	W	Leistung, Energiestrom, Wärmestrom	$1\ W = 1\ J \cdot s^{-1}$
Weber	Wb	Magnetischer Fluß	$1\ Wb = 1\ V \cdot s$

[1] Mit dem Zahlenfaktor 1 gebildet; z.B. 1 C = 1 As, 1 Pa = 1 N · m^{-2} [2] Zusätzliche SI-Einheit

14.4.3: Atomphysikalische Einheiten

Basiseinheit	Einheitenzeichen	Basisgrößen
Atomare Massen-einheit	m_u (amu)	Masse für Angabe von Teilchenmasse; 1 m_u = 1/12 Masse von ^{12}C auch amu (atomic mass unit).
Elektronen-volt	eV	Energie

14.4.4: Abgeleitete, nicht kohärente SI-Einheiten mit besonderen Namen und Einheitenzeichen

Name der Einheit	Einheitenzeichen	Faktor zu SI-Einheit
Tag	d	1 d = 86.400 s
Stunde	h	1 h = 3.600 s
Minute	min	1 min = 60 s
Vollwinkel	–	2 π rad
Grad	(°)	$\frac{\pi}{180}$ rad
Minute	(‘)	$\frac{\pi}{10.800}$ rad (= $\frac{1}{60}$ grad)
Sekunde	(“)	$\frac{\pi}{648.000}$ rad (= $\frac{1}{60}$ Minute)

15 Vakuumtechnisch wichtige, nationale und internationale Normen und Empfehlungen

Seit etwa 25 Jahren werden sowohl auf nationaler als auch auf internationaler Ebene zahlreiche Normen und Empfehlungen erarbeitet und – wo erforderlich – entsprechend dem neuesten Stand der Technik überarbeitet, die bei der Verwendung vakuumtechnischer Geräte (Pumpen, Meßgeräte, Ventile etc.) und beim Zusammenbau von Vakuum-Apparaturen, -Systemen und -Anlagen zu beachten sind. Dabei handelt es sich nicht nur um Festlegungen, die speziell die Vakuumtechnik betreffen, sondern auch um solche, die dieses spezielle Teilgebiet übergreifen und damit einschließen (z. B. physikalische Einheiten, Formelzeichen, Lärmschutzbestimmungen u. a.)

Nationale Normen sind vor allem DIN-Normen, insbesondere die des Fachbereiches Vakuumtechnik im DIN-Normenausschuß Maschinenbau (NAM). Internationale Normen und Empfehlungen werden erarbeitet und herausgegeben.

a) von der Internationalen Standard Organisation (ISO), insbesondere vom ISO-Komitee TC 112 (Vakuumtechnik)

b) von dem Europäischen Komitee der Hersteller von Verdichtern, Vakuumpumpen und Druckluftwerkzeugen (PNEUROP), insbesondere von dem PNEUROP-Unterausschuß C5 (Vakuumtechnik)

c) von dem Europäischen Komitee für Normung (CEN), insbesondere von dem Technischen Komitee TC 138 (Zerstörungsfreie Prüfung) und dem Technischen Komitee TC 318.

Die von den internationalen Organisationen a) bis c) unter deutscher Beteiligung (auch von Leybold!) erstellten Dokumente sind inhaltlich von DIN weitgehendst übernommen worden, was beispielsweise in Bezeichnungen wie DIN / ISO oder DIN / EN zum Ausdruck kommt.

In der nachstehenden Tabelle 15.1 sind die wichtigsten zu beachtenden Normen zusammengestellt.

Verwendete Abkürzungen:

E = Entwurf

CD = (Comittee Draft) Unverbindliche Vorlage

15.1 In der Vakuumtechnik besonders zu beachtende nationale und internationale Normen und Empfehlungen

A)	Nationale Vereinbarungen, Teil 1: DIN	
DIN	Titel	Ausgabe
1301	Einheiten Teil 1 – Einheitennamen, Einheitenzeichen Teil 2 – Allgemein angewendete Teile und Vielfache Teil 3 – Umrechnungen für nicht mehr anzuwendende Einheiten	 1993 2/78 10/97
1304	Allgemeine Formelzeichen Teil 1 – Allgemeine Formelzeichen Teil 2 – Formelzeichen für Meterologie und Geophysik Teil 3 – Formelzeichen für elektrische Energieversorgung Teil 5 – Formelzeichen für Strömungsmechanik Teil 6 – Formelzeichen für elektrische Nachrichtentechnik Teil 7 – Formelzeichen für elektrische Maschinen	 3/94 9/89 3/89 9/89 5/92 1/91
1305	Masse; Wägewert, Kraft, Gewichtskraft, Gewicht Last; Begriffe	1/88
1306	Dichte; Begriffe	6/84
1313	Physikal. Größen und Gleichungen, Begriffe, Schreibweisen	12/98
1314	Druck; Grundbegriffe, Einheiten	2/77
1315	Winkel; Begriffe, Einheiten	8/82
1319	Grundbegriffe der Meßtechnik Teil 1 – Grundbegriffe Teil 2 – Begriffe für die Anwendung von Meßgeräten Teil 3 – Begriffe für die Meßunsicherheit und für die Beurteilung von Meßgeräten und Meßeinrichtungen Teil 4 – Behandlung von Unsicherheiten bei der Anwendung von Messungen	 1/95 1/80 5/96 2/99

Vakuumtechnische Normen

A)	Nationale Vereinbarungen, Teil 1: DIN (Fortsetzung)	
DIN	Titel	Ausgabe
1343	Normzustand, Referenzzustand	1/90
1345	Thermodynamik; Grundbegriffe	12/93
1952	Durchflußmessung mit Blenden, Düsen etc.	7/82
2402	Rohrleitungen; Nettweiten, Begriffe, Stufung	2/76
3535	Dichtungen für die Gasversorgung – Teil 6	12/99
8964	Kreislaufteile für Kälteanlagen mit hermetischen und halbhermetischen Verdichtern Teil 1: Prüfungen Teil 2: Anforderungen	 3/96 9/86 (E 12/95)
16005	Überdruckmeßgeräte mit elastischem Meßglied für die allgemeine Anwendung Anforderungen und Prüfung	 2/87
16006	Überdruckmeßgeräte mit Rohrfeder Sicherheitstechnische Anforderung und Prüfung	 2/87
19226	– 1 Leittechnik; Regelungstechnik und Steuerungstechnik; Begriffe – Allgemeine Grundlagen – 4 Leittechnik; Regelungstechnik und Steuerungstechnik; Begriffe für Regelungs- und Steuerungssysteme – 5 Leittechnik; Regelungstechnik und Steuerungstechnik; Funktionelle Begriffe	2/94 2/94 2/94
25436	Integrale Leckratenprüfung des Sicherheitsbehälter mit der Absolutdruckmethode	7/80
28090	Statische Dichtungen für Flanschverbindungen Teil 1: Dichtungskennwerte und Prüfverfahren Teil 2: Dichtungen aus Dichtungsplatte; Spezielle Prüfverfahren zur Qualitätsicherung	 9/95 9/95
28400	Vakuumtechnik; Benennungen und Definitionen Teil 1 – Grundbegriffe, Einheiten, Bereiche, Kenngrößen und Grundlagen Teil 2 – Vakuumpumpen Teil 3 – Vakuumanlagen; Charakteristische Größen und Meßgeräte Teil 4 – Vakuumbeschichtungstechnik Teil 5 – Vakuumtrocknung und Vakuumgefriertrocknung Teil 6 – Analysentechnik für Oberflächentechnik Teil 7 – Vakuummetallurgie Teil 8 – Vakuumsysteme, Komponenten und Zubehör	 5/90 10/80 6/92 3/76 3/81 10/80 7/78 11/97
28401	Vakuumtechnik; Bildzeichen – Übersicht	11/76
28402	Vakuumtechnik; Größen, Formelzeichen, Einheiten – Übersicht	12/76
28403	Vakuumtechnik; Schnellverbindungen, Kleinflanschverbindungen	9/86
28404	Vakuumtechnik; Flansche, Maße	10/86
28410	Vakuumtechnik; Massenspektrometrische Partialdruck-Meßgeräte, Begriffe, Kenngrößen, Betriebsbedingungen	11/68
28411	Vakuumtechnik; Abnahmeregeln für Massenspektrometer-Lecksuchgeräte, Begriffe	3/76
28416	Vakuumtechnik; Kalibrieren von Vakuummetern im Bereich von 10^{-3} bis 10^{-7} mbar. Allgemeines Verfahren; Druckerniedrigung durch beständige Strömung	3/76
28417	Vakuumtechnik; Messen des pV-Durchflusses nach dem volumetrischen Verfahren bei konstantem Druck	3/76

Vakuumtechnische Normen

A)	Nationale Vereinbarungen, Teil 1: DIN (Fortsetzung)	
DIN	Titel	Ausgabe
28418	Vakuumtechnik; Standardverfahren zum Kalibrieren von Vakuummetern durch direkten Vergleich mit einem Bezugsgerät Teil 1 – Allgemeine Grundlagen Teil 2 – Ionisations-Vakuummeter Teil 3 – Wärmeleitungsvakuummeter	 5/76 9/78 8/80
28426	Vakuumtechnik; Abnahmeregeln für Drehkolbenvakuumpumpen Teil 1 – Sperr- und Drehschiebervakuumpumpen im Grob- und Feinvakuumbereich Teil 2 – Wälzkolbenvakuumpumpen im Feinvakuumbereich	 8/83 3/76
28427	Vakuumtechnik; Abnahmeregeln für Diffusionspumpen und Dampfstrahlvakuumpumpen für Treibmitteldampfdrücke kleiner 1 mbar.	2/83
28428	Vakuumtechnik; Abnahmeregeln für Turbo-Molekularpumpen	11/78
28429	Vakuumtechnik; Abnahmeregeln für Ionengetterpumpen	8/85
28430	Vakuumtechnik; Meßregeln für Dampfstrahlvakuumpumpen und Dampfstrahlkompressoren. Treibmittel: Wasserdampf	11/84
28431	Abnahmeregeln für Flüssigkeitsringvakuumpumpen	1/87
28432	Abnahmeregeln für Membranvakuumpumpen	9/96
45635	Geräuschmessung an Maschinen; Luftschallmessung, Hüllflächenverfahren. Teil 13 – Verdichter einschließlich Vakuumpumpen, Verdränger-, Turbo- und Strahlverdichter	 2/77
53380-1	Prüfung von Kunststoff-Folien, Bestimmung der Gasdurchlässigkeit	7/2000
55350	Begriffe der Qualitätssicherung und Statistik Teil 11 – Grundbegriffe der Qualitätssicherung Teil 18 – Begriffe zur Bescheinigung über die Ergebnisse von Qualitätsprüfungen/Qualitätsprüf-Zertifikate	 8/95 7/87
66038	Torr – Millibar; Millibar – Torr Umrechnungstabellen	4/71
–	Thesaurus Vacui (Begriffs-Ordnung)	1969

A)	Europäische/Nationale Vereinbarungen, EN, DIN/EN, CEN, Entwürfe	
DIN/EN	Titel	Ausgabe
473	Qualifizierung und Zertifizierung von Personal der zerstörungsfreien Prüfung (einschließlich Dichtheitsprüfung)	3/2001
837-1	Druckmeßgeräte, Teil 1: Druckmeßgeräte mit Rohrfern, Maße, Meßtechnik, Anforderungen und Prüfung	2/97
837-2	Druckmeßgeräte, Teil 2: Auswahl und Einbauempfehlungen für Druckmeßgeräte	5/97
837-3	Druckmeßgeräte, Teil 3: Druckmeßgeräte mit Platten- und Kapselfedern, Maße, Meßtechnik, Anforderungen und Prüfung	2/97
1330-8	Zerstörungsfreie Prüfung – Begriffe für die Dichtheitsprüfung – Terminologie	7/98
1779	Zerstörungsfreie Prüfung – Dichtheitsprüfung. Anleitung zur Auswahl eines Prüfverfahrens	10/99
1338-8 E	Zerstörungsfreie Prüfung – Dichtheitsprüfung. Terminologie zur Dichtheitsprüfung	1994
1518	Zerstörungsfreie Prüfung – Kenngrößenbestimmung v. massenspektrometrischen Leckdetektoren	6/98
1593	Zerstörungsfreie Prüfung – Blasenprüfverfahren	11/99

Vakuumtechnische Normen

A)	Europäische/Nationale Vereinbarungen, EN, DIN/EN, CEN, Entwürfe	
DIN/EN	Titel	Ausgabe
13184	Zerstörungsfreie Prüfung - Dichtheitsprüfung - Druckänderungsverfahren Deutsche Fassung: pr.EN 13184 (1998)	7/98
13185	Zerstörungsfreie Prüfung - Dichtheitsprüfung - Prüfgasverfahren Deutsche Fassung: pr.EN 13185 (1998)	7/98
13192	Zerstörungsfreie Prüfung - Dichtheitsprüfung - Kalibrieren von Referenzlecks für Gase. Deutsche Fassung: pr.EN 13192 (1998)	7/98
13625	Zerstörungsfreie Prüfung - Dichtheitsprüfung. Anleitung zur Auswahl von Dichtheitsprüfgeräten	10/99
25436	Integrale Leckprüfung des Sicherheitsbehälters mit der Absolutdruckmethode, Sicherheitstechnische Anforderungen	7/80
60068-2-17	Umweltprüfungen, Teil 2, Prüfung Q: Dichtheit	5/95

B)	Internationale Vereinbarungen, ISO, EN/ISO	
ISO	Titel	Ausgabe
1000	SI units and recommendations for the use of their multiples and of certain other units	11/92
1607 / 1	Positive-displacement vacuum pumps. Measurement of performance characteristics. Part 1: Measurement of volume rate of flow (pumping speed)	12/93
1607 / 2	Positive-displacement vacuum pumps. Measurement of performance characteristics. Part 2: Measurement of ultimate pressure	11/89
1608 / 1	Vapour vacuum pumps. Part 1: Measurement of volume rate of flow	12/93
1608 / 2	Vapour vacuum pumps. Part 2: Measurement of critical backing pressure	12/89
1609	Vacuum technology. Flange dimensions	3/86
DIN/ISO 2533	Standard-Atmosphere/Normatmosphäre	12/79
2861 / 1	Quick release couplings. Dimensions Part 1: Clamped Type	8/74
2861 / 2	Quick release couplings. Dimensions Part 2: Screwed type	8/80
3529 / 1	Vacuum Technology Vocabulary Part 1: General Terms	12/81
3529 / 2	Vacuum Technology Vocabulary Part 2: Vacuum Pumps and related terms	12/81
3529 / 3	Vacuum Technology Vocabulary Part 3: Vacuum gauges	12/81
3556 / 1	Measurement of performance characteristics. Part 1: Sputter ion pumps (E)	1992
3669	Vacuum Technology. Bakable flanges, dimensions. Part 1: Clamped Type	2/86
EN/ISO 4080	Gummi- und Kunststoffschläuche und Schlauchleitungen – Bestimmung der Gasdurchlässigkeit	2/95
5167-1	Measurement of fluid flow by means of orifice plates, nozzles etc.	12/91

Vakuumtechnische Normen

B)	Internationale Vereinbarungen, ISO, EN/ISO	
9803	Pipeline Fittings-Mounting, Dimensions (E)	2/93
DIN/ISO 10012	Forderungen an die Qualitätssicherung für Meßmittel Teil 1 – Bestätigungssystem für Meßmittel	8/92
ISO 12807	Safe Transport of Radioactive materials - Leakage testing on packages	9/96

C)	Internationale Vereinbarungen,DIN EN ISO	
5167-1	Durchflußmessung mit Blenden, Düsen etc (Nachfolgedokument von: DIN 1952)	11/95
6708	Rohrleitungen; Nennweiten, Begriffe,Stufung (Nachfolgedokument von: DIN 2402)	9/95

D)	PNEUROP/C5 (6.93)		
Nummer	Titel/Bemerkung	identisch mit DIN	Ausgabe
5607	Vakuumpumpen; Abnahmeregeln Teil II: (Treibmittelpumpen)	28427	1972
5608	Vakuumpumpen; Abnahmeregeln Teil III: (Turbo-Molekularpumpen)	28428	1973
5615	Vakuumpumpen; Abnahmeregeln Teil IV: (Getter-Ionen-Pumpen)	28429	1976
6601	Leistungsmessung von Dampfstrahl-Vakuumpumpen und Dampfstrahlverdichtern	28430	5/78
6602	Vakuumpumpen; Abnahmeregeln Teil I: (Ölgedichtete Rotationspumpen und Wälzkolbenpumpen)	28426	1979
6606	Vakuum-Flansche und Verbindungen; Abmessungen	28403 und 28404	1985
PN5ASR CC/5	Vacuum Pumps, Acceptance Specifications Refrigerator Cooled Cryopumps		7/89

Literaturverzeichnis

16 Literaturverzeichnis

16.1 Übersichten, Definitionen und Historisches

K. Diels, R. Jaekel
Leybold-Taschenbuch, 2. Aufl. 1962
Springer, Berlin
(auch in Englisch)

W. Haeder, E. Gärtner
Die gesetzlichen Einheiten in der Technik
5. Aufl. 1980
Beuth-Vertrieb GmbH, Berlin 30, Köln, Frankfurt (Main)

H. Ebert
Vakuum-Chronik, Eine Dokumentation über Vakuum betreffende Arbeiten, die vor 1928 erschienen sind
PTB-Bericht ATWD-11, September 1977

M. Dunkel
„Gedenken an Wolfgang Gaede“
Physikalische Blätter Nr. 34 (1978), Heft 5, Seiten 228-232
sowie Vakuumtechnik, 27. Jahrgang, Heft 4, Seiten 99-101

IUPAP (SUNANCO Commission)
Symbols, Units etc.
Document 25, 1987

Leybold AG
Vademekum, 93 Seiten, 1988
(auch in Englisch)

Wutz, Adam, Walcher und Jousten
Theorie und Praxis der Vakuumtechnik
7. Aufl., 733 Seiten, 2000
Friedrich Vieweg u. Sohn, Braunschweig/Wiesbaden
ISBN 3-528-54884-3

A. Guthrie and R. K. Wakerling
Vakuum Equipment and Techniques
264 Seiten, 1949
McGraw-Hill, New York/London/Toronto

C. M. van Atta
Vacuum Science and Engineering
459 Seiten, 1965
McGraw-Hill, New York/San Francisco/Toronto/London/Sydney

W. Heinze
Einführung in die Vakuumtechnik
452 Seiten, 1955
VEB Verlag Technik, Berlin

N. S. Harris
Modern Vacuum Practice
315 Seiten, 1989
McGraw-Hill Book Company (UK)
ISBN 0-07-707099-2

H. Frey und G. Kienel
Dünnschichttechnologie
691 Seiten, 1987
VDI-Verlag, Düsseldorf
ISBN 3-18-400670-0

J. M. Lafferty
Foundations of Vacuum Science and Technology
728 Seiten, 1998
J. Wiley
ISBN 0-471-17593-5

C. Edelmann
Vakuumphysik
427 Seiten, 1998, Spectrum
Akademischer Verlag, Heidelberg/Berlin
ISBN 3-827-40007-4

A. Schubert
Normen und Empfehlungen für die Vakuumtechnik
Vakuum in der Praxis, 3. Jahrgang, 1991, 211-217

H. Scharmann
Vakuum – Gestern und Heute
Vakuum in der Praxis, 2. Jahrgang, 1990, 276-281

M. Auwärter
Das Vakuum und W. Gaede
Vakuum-Technik, 32. Jahrgang, 1983, 234-247

G. Reich
Wolfgang Gaede – Einige Gedanken zu seinem 50. Todestag aus heutiger Sicht
Vakuum in der Praxis, 7. Jahrgang, 1995, 136-140

S. German, P. Draht
Handbuch SI Einheiten
Vieweg Braunschweig/Wiesbaden, 1979, 460 Seiten

„Gesetz über Einheiten im Meßwesen“ vom 2. Juli 1969
„Gesetz zur Änderung des Gesetzes über Einheiten im Meßwesen“ vom 6. Juli 1973
„Ausführungsverordnungen“ vom 26. Juni 1970

In Vakuumtechnik 35. Jahrgang, 1986:

Th. Mulder
Otto von Guericke
Seiten 101-110

P. Schneider
Zur Entwicklung der Luftpumpen-Initiationen und erste Reife bis 1730
Seiten 111-123

L. Fabel
Physik in der 2. Hälfte des 19. Jahrhunderts und die vakuumtechnische Entwicklung bis Gaede
Seiten 128-138

H.-B. Bürger:
G. Ch. Lichtenberg und die Vakuumtechnik
Seiten 124-127

G. Reich:
Gaede und seine Zeit
Seiten 139-145

H. Adam
Vakuumtechnik in der Zeit nach Gaede (1945 bis heute)
Seiten 146-147

G. Reich
Die Entwicklung der Gasreibungspumpen von Gaede, über Holweck, Siegbahn bis zu Pfleiderer und Becker (mit zahlreichen Literaturangaben)
Vakuumtechnik in der Praxis, Jahrgang 4, 1992, Seiten 206-213

G. Reich
Carl Hoffman (1844-1910), der Erfinder der Drehschieberpumpe,
Vakuum in der Praxis, 1994, 205-208

Th. Mulder
Blaise Pascal und der Puy de Dôme – Große Männer der Vakuumtechnik,
Vakuum in der Praxis, 1994, 283-289

Literaturverzeichnis

W. Pupp und H. K. Hartmann
Vakuumtechnik, Grundlagen und Anwendungen
C. Hanser, München, Wien, 1991

16.2 Vakuumpumpen

16.2.1 Verdrängerpumpen; Kondensatoren

W. Gaede
Demonstration einer rotierenden Quecksilberpumpe
Physikalische Zeitschrift, 6, 1905, 758-760

W. Gaede
Gasballastpumpen
Zeitschrift für Naturforschung, 2a, 1947, 233-238

W. Armbruster und A. Lorenz
Das maximale Kompressionsverhältnis und der volumetrische Wirkungsgrad von Vakuumpumpen nach dem Rootsprinzip
Vakuumtechnik, 7, 1958, 81-85

W. Armbruster und A. Lorenz
Die Kombination Rootspumpe-Wasserringpumpe
Vakuumtechnik, 7, 1958, 85-88

H. Reylander
Über die Wasserdampfverträglichkeit von Gasballastpumpen
Vakuumtechnik, 7, 1958, 78-81

F. Fauser
Charakteristik von Pumpsystemen für größere Wasserdampfmengen unter Vakuum und unter Anwendung von Kondensation und Kompression des Wasserdampfes
1965 Transactions of the Third International Vacuum Congress, Stuttgart, Bd. 2/II, 393-395, Pergamon Press, Oxford 1966

M. Wutz
Das Abpumpen von Dämpfen mit gekühlten Kondensatoren
Vakuumtechnik, 16, 1967, 53-56

U. Seegebrecht
Einfluß der Temperatur des Fördermittels auf das Saugvermögen von Flüssigkeitsring-Vakuumpumpen bei der Förderung von trockener Luft
Vakuumtechnik, 1985, 10-14

H. Hamacher
Kennfeldberechnung für Rootspumpen
DLR FB 69-88, 1969

H. Hamacher
Beitrag zur Berechnung des Saugvermögens von Rootspumpen
Vakuumtechnik, 19, 1970, 215-221

H. Hamacher
Experimentelle Untersuchungen an Nachkühlern von Rootspumpen
Vakuumtechnik, 23, 1974, 129-135

M. Rannow
Ölgedichtete Vakuumpumpen in der Chemie
Chemie-Technik, Heft 7, 1978, 39-41

H. P. Berges et al.
TRIVAC-B, ein neues Vakuumpumpen-Konzept für universelle Anwendungen
Vakuumtechnik 31, 1982, 168-171

H. Lang
Vakuumpumpen in der chemischen Industrie – Wälzkolbenpumpen
Vakuumtechnik, 1980, 72-82

H. F. Weber
Vakuumpumpen in der chemischen Industrie – ölgedichtete Rotationsvakuumpumpen
Vakuumtechnik, 1980, 98-104

D. Bartels
Vakuumpumpen in der chemischen Industrie
Flüssigkeitsring-Vakuumpumpen – A
Vakuumtechnik, 1980, 131-140

R. W. Adam und C. Dahmlos
Flüssigkeitsring-Vakuumpumpen – B
Vakuumtechnik, 1980, 141-148

U. Seegebrecht
Förderung trockener Luft und von gesättigtem Luft-Wasserdampfgemisch mit Flüssigkeitsring-Vakuumpumpen
Vakuumtechnik, 1980, 246-252

P. Bachmann und H.-P. Berger
Sicherheitsaspekte beim Einsatz von ölgedichteten Drehschiebervakuumpumpen in CVD-Anwendungen
Vakuumtechnik, 1987, 41-47

U. Fussel
Trockenlaufende Vakuumpumpen in der chemischen Industrie
Vakuum in der Praxis, 1994, 85-88

L. Ripper
Explosionsschutz-Maßnahmen an Vakuumpumpen (mit zahlreichen Literaturangaben)
Vakuum in der Praxis, 1994, 91-100

K. P. Müller
Trockenlaufende Drehschiebervakuumpumpen in einer Vielzweck Produktionsanlage
Vakuum in der Praxis, 1994, 109-112

H.P. Berges and M. Kuhn
Handling of Particles in Forevacuum pumps
Vacuum, Vol. 41, 1990, 1828-1832

M. H. Hablanian
The emerging technologies of oil-free vacuum pumps
J. Vac. Sci. Technol. A6 (3), 1988, 1177-1182

R. Thees
Vakuumpumpen und ihr Einsatz zum Absaugen von Dämpfen
Vakuum-Technik, Bd. 6, Heft 7, 160-170

E. Zakrzewski, P. L. May and B. S. Emslie
Developments in vacuum Pumping systems based on mechanical pumps with an oil free swept volume
Vacuum, 38, 968, 757-760

H. Wycliffe
Mechanical high-vacuum pumps with an oil-free swept volume
J. Vac. Sci. Technol. A5 (4) 1987, 2608-2611

A. P. Troup and D. Turell
Dry pumps operating under harsh condictions in the semiconductor industry
J. Vac. Sci. Technol. A7 (3), 1989, 2381-2386

P. Bachmann and M. Kuhn
Evaluation of dry pumps vs rotary vane pumps in aluminium etching
Vacuum 41, 1990, 1825-1827

Literaturverzeichnis

F. J. Eckle, W. Jorisch, R. Lachenmann
Vakuumtechnik im Chemielabor
Vakuum in der Praxis, 1991, 126-133

P. Bachmann und M. Kuhn
Einsatz von Vorpumpen im Al-Ätzprozeß. Erprobung trockenverdichtender Klauenpumpen und ölgedichteter Drehschieber-Vakuumpumpen im Vergleich
Vakuum in der Praxis, 1990, 15 – 21

U. Gottschlich
Vakuumpumpen im Chemielabor
Vakuum in der Praxis, 1990, 257-260

M. H. Hablanian
Aufbau und Eigenschaften verschiedener ölfreier Vakuumpumpen für den Grob- und Feinvakuumbereich (wichtige Literaturangaben)
Vakuum in der Praxis, 1990, 96-102

B. W. Wenkebach und J. A. Wickhold
Vakuumerzeugung mit Flüssigkeitsring-Vakuumpumpen
Vakuum in der Praxis, 1989, 303-310

U. Gottschlich und W. Jorisch
Mechanische Vakuumpumpen im Chemieeinsatz
Vakuum in Forschung und Praxis, 1989, 113-116

W. Jorisch
Neue Wege bei der Vakuumerzeugung in der chemischen Verfahrenstechnik
Vakuum in der Praxis, 1995, 115-118

D. Lamprecht
Trockenlaufende Vakuumpumpen
Vakuum in der Praxis, 1993, 255-259

P. Deckert et al.
Die Membranvakuumpumpe – Entwicklung und technischer Stand
Vakuum in der Praxis, 1993, 165-171

W. Jorisch und U. Gottschlich
Frischölschmierung – Umlaufschmierung, Gegensätze oder Ergänzung ?
Vakuum in der Praxis, 1992, 115-118

W. Jitschin et al.
Das Saugvermögen von Pumpen: Untersuchung verschiedener Meßverfahren im Grobvakuumbereich
Vakuum in Forschung und Praxis, 7, 1995, 183 -193

16.2.2 Turbo-Molekularpumpen

W. Gaede
Die Molekularluftpumpe
Annalen der Physik, 41, 1913, 337-380

D. E. Götz und H.-H. Henning
Neue Turbo-Molekularpumpe für überwiegend industrielle Anwendungen
Vakuum-Technik, 1988, 130-135

W. Armbruster
Vakuumpumpenkombinationen für Labor, Technikum und Produktion
Chemiker-Zeitung / Chemische Apparatur, 88, 1964, 895-899

W. Becker
Die Turbo-Molekularpumpe
Vakuum-Technik, 15, 1966, 211-218 und 254-260

R. Frank et al.
Leistungsdaten von Torbomolekularpumpen des Typs TURBOVAC mit senkrecht angeordnetem Axialkompressor
Vakuumtechnik, 24, 1975, 78 -85

W. Becker
Eine gegenüberstellende Betrachtung von Diffusionspumpen und Molekularpumpen
Ergebnisse europäischer Ultrahochvakuumforschung
Leybold-Heraeus GmbH u. Co., 1968, Eigenverlag, 41-48

R. Frank, E. Usselmann
Kohlenwasserstoffreier Betrieb mit Turbo-Molekularpumpen des Typs TURBOVAC
Vakuumtechnik, 25, 1976, 48-51

R. Frank, E. Usselmann
Magnetgelagerte Turbo-Molekularpumpen des Typs TURBOVAC
Vakuum-Technik, 25, 1976, 141-145

W. Bieger, K. H. Dippel, F. Richter, E. Usselmann
Zur Einwirkung magnetischer Felder auf Turbomolekularpumpen
Vakuum-Technik, 28, 1979, 34-40

H.-H. Henning und G. Knorr
Neue luftgekühlte, lageunabhängige Turbo-Molekularpumpen für Industrie und Forschung
Vakuum-Technik, 30, 1981, 98-101

W. Becker
Eine neue Molekularpumpe
Vakuum-Technik, 7, 1958, 149-152

H.-H. Henning und H. P. Caspar
Wälzlagerungen in Turbo-Molekularpumpen
Vakuum-Technik, 1982, 109-113

E. Kellner et al.
Einsatz von Turbo-Molekularpumpen bei Auspumpvorgängen im Grob- und Feinvakuumbereich
Vakuum-Technik, 1983, 136-139

J. Henning
30 Jahre Turbo-Molekularpumpe
Vakuum-Technik, 1988, 134-141

P. Duval et. al.
Die Spiromolekularpumpe
Vakuum-Technik, 1988, 142-148

G. Reich
Berechnung und Messung der Abhängigkeit des Saugvermögens von Turbo-Molekularpumpen von der Gasart
Vakuum-Technik, 1989, 3-8

J. Henning
Die Entwicklung der Turbo-Molekularpumpe
Vakuum in der Praxis, 1991, 28-30

D. Urban
Moderne Bildröhrenfertigung mit Turbo-Molekularpumpen
Vakuum in der Praxis, 1991, 196-198

O. Ganschow et al.
Zuverlässigkeit von Turbo-Molekularpumpen
Vakuum in der Praxis, 1993, 90-96

M. H. Hablanian
Konstruktion und Eigenschaften von turbinenartigen Hochvakuumpumpen
Vakuum in der Praxis, 1994, 20-26

J. H. Fremerey und H.-P. Kabelitz
Turbo-Molekularpumpe mit einer neuartigen Magnetlagerung
Vakuum-Technik, 1989, 18-22

H. P. Kabelitz and J.K. Fremerey
Turbomolecular vacuum pumps with a new magnetic bearing concept
Vacuum 38, 1988, 673-676

Literaturverzeichnis

16.2.3 Treibmittelpumpen

W. Gaede
Die Diffusion der Gase durch Quecksilberdampf bei niederen Drücken und die Diffusionspumpe
Annalen der Physik, 46, 1915, 357-392

W. Gaede
Die Öldiffusionspumpe
Z. techn. Physik, 13, 1932, 210-212

R. Jaeckel, H. G. Nöller und H. Kutscher
Die physikalischen Vorgänge in Diffusions- und Dampfstrahlpumpen
Vakuum-Technik, 3, 1954, 1-15

W. Bächler und H. G. Nöller
Fraktionierung und Entgasung in Öl-Diffusionspumpen
Z. angew. Physik einschl. Nukleonik, 9, 1957, 612-616

H. G. Nöller
Weshalb sind systematische Fehler bei Saugvermögensmessungen besonders groß für Hochvakuumpumpen großer Leistung?
Vakuum-Technik, 12, 1963, 291-293

W. Bächler und H.-J. Forth
Die wichtigsten Einflußgrößen bei der Entwicklung von Diffusionspumpen
Vakuum-Technik, 13, 1964, 71-75

W. Reichelt
Bemerkungen zur Arbeitsweise moderner Diffusionpumpen
Vakuum-Technik, 13, 1964, 148-152

H. G. Nöller
Theory of Vacuum Diffusion Pumps
Handbook of Physics, Vol.1, Part 6, (pp. 323...419) Ed. A. H. Beck
Pergamon Press Ltd., London, W.I., 1966

G. Herklotz
Enddruckversuche mit Diffusionspumpen hohen Saugvermögens und Restgasspektren
Vakuum-Technik, 20, 1971, 11-14

H. G. Nöller
Die Bedeutung von Knudsenzahlen und Ähnlichkeitsgesetzen in Diffusions- und Dampfstrahlpumpen
Vakuum-Technik, 26, 1977, 72-78

R. Gösling
Treibmittelpumpen
Vakuum-Technik, 1980, 163-168

M. Wutz
Grundlagen zur Bestimmung der charakteristischen Daten von Dampfstrahl-Ejektorpumpen
Vakuum-Technik, 1982, 146-153

H. Bayer
Dampfstrahlpumpen
Vakuum-Technik, 1980, 169-178

H. Bayer
Vakuumerzeugung durch Dampfstrahl-Vakuumpumpen
Vakuum in der Praxis, 1989, 127-135

F. Hinrichs
Aufbau, Betriebsverhalten und Regelbarkeit von Dampfstrahl-Vakuumpumpen
Vakuum in der Praxis, 1991, 102-108

16.2.4 Sorptionspumpen

G. Kienel
Zur Desorption von Gasen in Getter-Ionenpumpen in „Physik und Technik von Sorptions- und Desorptionsvorgängen bei niederen Drücken“
Rudolf A. Lange Verlag, 1963, Esch/Taunus, 266-270

W. Bächler
Ionen-Zerstäuberpumen, ihre Wirkungsweise und Anwendung
E. Leybold’s Nachfolger, Köln-Bayenthal, im Eigenverlag, 1966

W. Espe
Zur Adsorption von Gasen und Dämpfen an Molekularsieben
Feinwerktechnik, 70, 1966, 269-273

G. Kienel
Vakuumerzeugung durch Kondensation und durch Sorption
Chemikerzeitung / Chem. Apparatur 91, 1967, 83-89 und 155-161

H. Hoch
Erzeugung von kohlenwasserstoffreiem Ultrahochvakuum
Vakuum-Technik, 16, 1967, 156-158

W. Bächler und H. Henning
Neuere Untersuchungen über den Edelgas-Pumpmechnismus von Ionenzerstäuberpumpen des Diodentyps
Proc. of the Forth Intern. Vacuum Congress 1968, I. 365-368,
Inst. of Physics, Conference Series Nr. 5, London

H. Henning
Der Erinnerungseffekt für Argon bei Trioden-Ionenzerstäuberpumpen
Vakuum-Technik, 24, 1975, 37-43

16.2.5 Kryopumpen und Kryotechnik

R. A. Haefer
Kryo-Vakuumtechnik, 313 Seiten
Springer, Berlin / Heidelberg / New York, 1981

H. Frey und R-A. Haefer
Tieftemperaturtechnologie, 560 Seiten, VDI-Verlag, Düsseldorf, 1981

G. Klipping und W. Mascher
Vakuumerzeugung durch Kondensation an tiefgekühlten Flächen, I. Kryopumpen
Vakuum-Technik, 11, 1962, 81-85

W. Bächler, G. Klipping und W. Mascher
Cryopump System operating down to 2,5 K, 1962 Trans. Ninth National Vacuum Symposium, American Vacuum Society, 216-219, The Macmillan Company, New York

G. Klipping
Kryotechnik – Experimentieren bei tiefen Temperaturen
Chemie-Ingenieur-Technik, 36, 1964, 430-441

M. Schinkmann
Messsen und Regeln tiefer Temperaturen, Teil I: Thermodynamische Verfahren
Meßtechnik, 81, 1973, 175-181

G. Schäfer, M. Schinkmann
Messen und Regeln tiefer Temperaturen, Teil II: Elektrische Verfahren
Meßtechnik, 82, 1974, 31-38

R. Frank et al.
Entwicklung von Refrigeratoren für den Einbau in Kryopumpen
Vakuum-Technik, 30, 1981, 134-137

Literaturverzeichnis

J. J. Scheer und J. Visser
Anwendungen von Kryopumpen in der industriellen Vakuumtechnik
Vakuumtechnik, 31, 1982, 34-45

P. Duval
Diffusionspumpen, Turbo-Molekularpumpen oder Kryopumpen? – Auswahlkriterien für Hochvakuumpumpen
Vakuumtechnik, 31, 1982, 99-105

H. Henning und H.-H. Klein
Pumpen von Helium mit Refrigerator-Kryopumpen
Vakuum-Technik, 34, 1985, 181-184

H.-H. Klein et al.
Einsatz von Kryopumpen in Produktionsanlagen
Vakuum-Technik, 34, 1986, 203-211

D. Müller und M. Sydow
Kryopumpen im Vergleich mit anderen Hochvakuumpumpen
Vakuum in der Praxis, 2, 1990, 270-274

G. Kiese und G. Voß
Kryopumpen mit neuartiger Regenerationstechnik
Vakuum in der Praxis, 4, 1992, 189-192

16.2.6 Ölrückströmung

G. Levin
A quantitativ appraisal of the backstreaming of forepump oil vapor
J. Vac. Sci. Technol. A 3 (6), 2212-2213, 1985

M. A. Baker and L. Laurenson
A quartz crystal microbalance holder for low Temperature use in vacuum
Vacuum Vol. 17, (12), 647-648, 1967
(Letters to the Editor)

M. A. Baker and W. Steckelmacher
The Measurement of Contamination in Vacuum Systems
Vuoto, scienza e technologia, Bd.3 , (1/2), 3-17, 1970

J. P. Deville, L. Holland and L. Laurenson
Measurement of the rate of evaporation of Pump oils using a crystal vibrator
3rd. Internat. Vac. Congr Stuttgart 153-160, Pergamon Press, Oxford, 1965

L. Laurenson, S. Hickman and R. G. Livesey
Rotary pump backstreaming: An analytical appriasal of practical results and the factors affecting them
J. Vac. Sci. Technol. A 6 (2), 238-242, 1988

B. D. Power, A. M. I. Mech, E. Crawley and D. J. Crawley
Sources, Measurement and Control of Backstreaming in Oil Vapour Vacuum Pumps
Vacuum, Bd.4 (4), 415-437, 1957

M. A. Baker
A cooled quartz crystal microbalance methode for measuring diffusion pump backstreaming
Journal of Scientific Instruments (Journal of Physics E),
Series 2, Volume 1, 774-776, 1968

N. S. Harris
Diffusion pump back-streaming
Vacuum, Vol. 27 (9), 519-530, 1977

M. A. Baker
Vapour and Gas Measurements in Vacuum with the Quartz Crystal Microbalance
in Vol. 1, Proceedings of the ninth Conference on Vacuum Microbalance Techniques, „Progress in Vacuum Microbalance Techniques“

Th. Gast and E. Robens ed.,
Heyden & Son Ldt., London, New York, Rheine, 1970

M. A. Baker and L. Laurenson
The use of a quartz crystal microbalance for measuring vapour backstreaming from mechanical pumps
Vacuum, Volume 16 (11), 633-637, 1966

R. D. Oswald and D. J. Crawley
A method of measuring back migration of oil through a baffle
Vacuum, Vol. 16 (11), 623-624, 1966

M. H. Hablanian
Backstreaming Measurements above Liquid-Nitrogen Traps
Vac. Sci. Tech., Vol. 6, 265-268, 1969

Z. Hulek, Z. Cespiro, R. Salomonovic, M. Setvak and J. Voltr
Measurement of oil deposit resulting from backstreaming in a diffusion pump system by proton elastic scattering
Vacuum, Vol. 41 (7-9), 1853-1855, 1990

M. H. Hablanian
Elimination of backstreaming from mechanical vacuum pumps
J. Vac. Sci. Technol. A5 (4), 1987, 2612-2615

16.3 Ultrahochvakuumtechnik

G. Kienel
Probleme und neuere Entwicklungen auf dem Ultrahochvakuum-Gebiet
VDI-Zeitschrift, 106, 1964, 777-786

G. Kienel und E. Wanetzky
Eine mehrmals verwendbare Metalldichtung für ausheizbare Ultrahochvakuum-Ventile und Flanschdichtungen
Vakuum-Technik, 15, 1966, 59-61

H. G. Nöller
Physikalische und technische Voraussetzungen für die Herstellung und Anwendung von UHV-Geräten.
„Ergebnisse europäischer Ultrahochvakuum Forschung“
LEYBOLD-HERAEUS GmbH u. Co., im Eigenverlag, Köln 1968, 49-58

W. Bächler
Probleme bei der Erzeugung von Ultrahochvakuum mit modernen Vakuumpumpen.
„Ergebnisse europäischer Ultrahochvakuum Forschung“
LEYBOLD-HERAEUS GmbH u. Co., im Eigenverlag, Köln 1968, 139-148

P. Readhead, J. P. Hobson und E. V. Kornelsen
The Physical Basis of Ultrahigh Vacuum
Chapman and Hall, London, 1968
498 Seiten, reprinted 1993:
American Institut of Physics, New York
ISBN 1-56396-122-9

E. Bergandt und H. Henning
Methoden zur Erzeugung von Ultrahochvakuum
Vakuum-Technik, 25,1970, 131-140

Literaturverzeichnis

H. Wahl
Das Hochvakuumsystem der CERN am 450 GeV Supersynchrotron und Speicherring (SPS)
Vakuum in der Praxis, 1989, 43-51

F. Grotelüschen
Das UHV-System bei DESY. 1. Teil
Vakuum in der Praxis, 4, 1991, 266-273

D. Trines
Das Strahlrohrvakuumsystem des Hera-Protonenringes
Vakuum in der Praxis, 2, 1992, 91-99

G. Schröder et al.
COSV- eine neue Forschungsanlage mit UHV-Technologie
Vakuum in der Praxis, 5, 1993, 229-235

W. Jacobi
Das Vakuumsystem der GSI-Beschleunigeranlage
Vakuum in der Praxis, 6, 1994, 273-281

16.4 Leitwerte, Flansche, Ventile etc.

M. Knudsen
Gesetze der Molekularströmung und der inneren Reibungsströmung der Gase durch Röhren
Annalen der Physik, 4. Folge, 28, 1909, 75-130

P. Clausing
Über die Strömung sehr verdünnter Gase durch Röhren von beliebiger Länge
Annalen der Physik, 5. Folge, 12, 1932, 961-989

W. Röllinger
Die Verwendung von Klammerflanschen in der Vakuumtechnik
Vakuum-Technik, 13, 1964, 42-45

H. Hoch
Ausheizbare Verbindungen an Hochvakuum-Apparaturen
Vakuum-Technik, 10, 1961, 235-238

W. Bächler und I. Wikberg
Dual Seal Bakable Section Valves of the CERN Intersection Storage Ring
Vacuum, 21, 1971, 457-459

K. Teutenberg
UHV-Ganzmetallventile großer Nennweite
Vakuum-Technik, 21, 1972, 169-174

H. Henning
The approximate calculation of transmission probabilities
Vacuum, 28, 1978, Nr. 3, Seite 151

G. Kühn
Gasströme durch Spalte im Grobvakuum
Vakuum-Technik, 33, 1984, 171-175

R. Haberland und B. Vogt
UHV-Ventil für extrem viele Schließzyklen
Vakuum-Technik, 34, 1985, 184-185

E. Tazioukow et al.
Theoretical and experimental investigation of rarefied gas flow in molecular pumps
Vakuum in Forschung und Praxis, 7, 1995, 53-56

A. Sele
Vakuum-Ventile (VAT)
Vakuum in der Praxis, 1, 1989, 206-212

L. Fikes
Berechnung von Auspumpkurven mit Hilfe der Analogie von Gasstrom und elektrischem Strom
Vakuum in der Praxis, 4, 1992, 265-268

W. Herz
Zuverlässige Flanschverbindung im Anwendungsgebiet der Tieftemperatur- und Vakuumtechnik
Vakuum-Technik, 29, 1980, 67-68

16.5 Messen niedriger Drücke

C. Meinke und G. Reich
Vermeidung von Fehlmessungen mit dem System McLeod-Kühlfalle
Vakuum-Technik, 12, 1963, 79-82

P. A. Readhead und J. P. Hobson
Total Pressure Measurem. below 10^{-10} Torr with Nonmagnetic Ionisation Gauge
Brit. J. Appl. Phys., 16, 1965, 1555-1556

C. Meinke und G. Reich
Comparison of Static and Dymanic Calibration Methods for Ionisation Gauges
J. Vac. Sci. Techn., 4, 1967, 356-359

G. Reich und W. Schulz
Probleme bei der Verwendung von Ionisations-Vakuummetern im Druckbereich oberhalb 10^{-2} Torr
Proc. of the Fourth Intern. Vacuum Congress, 1968,
II. Inst. of Physics Conference Series Nr. 6, London, 661-665

G. Reich
Probleme bei der Messung sehr niedriger Total- und Partialdrücke
„Ergebnisse europäischer Ultrahochvakuum Forschung“
LEYBOL-HERAEUS GmbH u. Co., im Eigenverlag, Köln 1968, 99-106

A. Barz und P. Kocian
Extractor Gauge as a Nude System
J. Vac. Sci Techn. 7, 1970, 1, 200-203

U. Beeck und G. Reich
Comparison of the Pressure Indication of a Bayard-Alpert and an Extractor Gauge
J. Vac. Sci. and Techn. 9, 1972, 1,126-128

U. Beeck
Untersuchungen über die Druckmessungen mit Glühkathoden-Inisations-Vakuummetern im Bereich größer als 10^{-3} Torr
Vakuum-Technik, 22, 1973, 16-20

G. Reich
Über die Möglichkeiten der Messung sehr niedriger Drücke
Meßtechnik, 2, 1973, 46-52

G. Reich
Spinning rotor viscosity gauge; a transfer standard for the laboratory or an accurate gauge for vacuum process control
J. Vac. Sci. Technol., 20 (4), 1982, 1148-1152

G. Reich
Das Gasreibungs-Vakuummeter VISCOVAC VM 210
Vakuum-Technik, 31, 1982, 172-178

G. Grosse und G. Messer
Calibration of Vacuum Gauges at Pressures below 10^{-9} mbar with a molecular beam method
Vakuum-Technik, 30, 1981, 226-231

Literaturverzeichnis

Chr. Edelmann et al.
Möglichkeiten der Meßbereichserweiterung bei Glühkathoden-Ionisationsmanometern (zahlreiche Literaturhinweise)
Vakuum-Technik, 31, 1982, 2-10

Chr. Edelmann
Stand und Entwicklungstendenzen der Totaldruckmessung in der Vakuum-Technik
Vakuum-Technik, 33, 1984, 162-180

J. K. Fremerey
Das Gasreibungsvakuummeter
Vakuum-Technik, 36, 1987, 205-209

G. Messer
Kalibrierung von Vakuummetern
Vakuum-Technik, 36, 1987, 185-192

G. Messer und W. Grosse
Entwicklung der Vakuum-Metrologie in der PTB (zahlreiche Literaturhinweise)
Vakuum-Technik, 36, 1987, 173-184

G. Reich
Industrielle Vakuummeßtechnik
Vakuum-Technik, 36, 1987, 193-197

L. Schmidt und E. Eichler
Die Praxis einer DKD-Kalibrierstelle
Vakuum-Technik, 36, 1987, 78-82

C. Kündig
Vakuummeßgeräte für Totaldruck
Vakuum in der Praxis, 2, 1990, 167-176

Chr. Edelmann
Glühkahtoden-Ionisationsmanometer für hohe Drücke im Vakuumbereich
Vakuum in der Praxis, 3, 1991, 290-296

M. Ruschitzka und W. Jitschin
Physikalische Grundlagen des Wärmeleitungsvakuummeters
Vakuum in der Praxis, 4, 1992, 37-43

T. Koopmann
Neue Trends in der Vakuum-Meßtechnik
Vakuum in der Praxis, 5, 1993, 249-254

Chr. Edelmann
Die Entwicklung der Totaldruckmessung im UHV- und Extremvakuumbereich
Vakuum in der Praxis, 6, 1994, 213-219

W. Jitschin
Kalibrierung, Abnahme und Zertifizierung (mit zahlreichen Literaturhinweisen)
Vakuum in der Praxis, 6, 1994, 193-204

W. Jitschin
Obere Meßbereichsgrenze von Glühkatoden-Ionisationsvakuummetern
Vakuum in Forschung und Praxis, 7, 1995, 47-48

F. Mertens et al.
Einfluß von Gasadsorbaten auf die Eigenschaften eines Glühkatoden-Ionisationsvakuummeters mit axialer Emission nach Chen und Suen
Vakuum in der Praxis, 7, 1995, 145-149

16.6 Drucküberwachung, -steuerung, -regelung

K. G. Müller
Betriebsüberwachung, Steuerung und Automatisierung von Vakuumanlagen
Chemie-Ingenieur-Technik, 35, 1963, 73-77

G. Kienel
Elektrische Schaltgeräte der Vakuumtechnik
Elektro-Technik, 50, 1968, 5-6

A. Bolz, H. Dohmen und H.-J. Schubert
Prozeßdruckregelung in der Vakuumtechnik
Leybold Firmendruckschrift 179.54.01

H. Dohmen
Vakuumdruckmessung und -Regelung in der chemischen Verfahrenstechnik
Vakuum in der Praxis, 6,1994, 113-115

N. Pöchheim
Druckregelung in Vakuumsystemen
Vakuum in Forschung und Praxis, 7, 1995, 39-46

R. Heinen und W. Schwarz
Druckregelung bei Vakuumprozessen durch umrichtergespeiste Rootspumpen
Vakuum-Technik, 35, 1986, 231-236

16.7 Massenspektrometrische Gasanalyse bei niederen Drücken

H. Hoch
Total- und Partialdruckmessungen bei Drücken zwischen $2 \cdot 10^{-10}$ und $2 \cdot 10^{-2}$ Torr
Vakuum-Technik, 16, 1967, 8-13

H. Junge
Partialdruckmessung und Partialdruckmeßgeräte
G-I-T Mai 1967, 389-394 und Juni 1967, 533-538

A. Kluge
Ein neues Quadrupolmassenspektrometer mit massenunabhängiger Empfindlichkeit
Vakuum-Technik, 23, 1974, 168-171

S. Burzynski
Microprocessor controlled quadrupole mass spectrometer
Vacuum, 32, 1982, 163-168

W. Große Bley
Quantitative Gasanalyse mit dem Quadrupol Massenspektrometer
Vakuum-Technik, 38, 1989, 9-17

A. J. B. Robertson
Mass Spectrometry
Methian & Co, Ltd., London, 1954

C. Brunee und H. Voshage
Massenspektrometrie
Karl Thiemig Verlag, München, 1964

A. Cornu and R. Massot
Compilation of Mass Spectral Data
Heyden and Son Ltd., London, 1966

P. Dawson
Quadrupole Mass Spectroscopy
Elsever, Amsterdam, 1976

J. Backus
Chap. 11 in „Characteristics of Electrical Discharges in Magnetic Fields“
National Nuclear Energy Series, Div. I, Vol. 5, McGraw-Hill Book Company Inc., New York, 1949

J. Backus
University of California Radiation Laboratory Report, RL 20.6.36, March 1945

Literaturverzeichnis

16.8 Lecks und Lecksuche

16.8.1 Massenspektrometrische Lecksuche

G. Kienel
Lecksuche an Vakuumanlagen auf elektrischem Wege
Elektrotechnik, 49, 1967, 592-594

U. Beeck
Möglichkeiten und Grenzen der automatischen Lecksuche im Bereich unter 10^{-8} Torr · ℓ/s
Vakuum-Technik, 23, 1974, 77-80

Lecksuche an Chemieanlagen
Dechema Monographien (Herausgeber H. E. Bühler und K. Steiger), Bd. 89, Verlag Chemie, Weinheim / New York

W. Jansen
Grundlagen der Dichtheitsprüfung mit Hilfe von Testgasen
Vakuum-Technik, 29, 1980, 105-113

K. Paasche
Lecksuche an Chemieanlagen
Vakuum-Technik, 29, 1980, 227-231

H. B. Bürger
Lecksuche an Chemieanlagen mit He-Massenspektrometer-Lecksuchern
Vakuum-Technik, 29, 1980, 232-245

Chr. Falland
Ein neuer Universal-Lecksucher mit luftgekühlter Turbo-Molekularpumpe
Vakuum-Technik, 29, 1980, 205-208

W. Jansen
Grundlagen der Dichtheitsprüfung mit Hilfe von technischen Gasen
Vakuum-Technik, 29, 1980, 105-113

H. Mennenga
Dichtheitsprüfung von Kleinteilen
Vakuum-Technik, 29, 1980, 195-200

Chr. Falland
Entwicklung von He-Lecksuchtechniken für UHV-Systeme großer Beschleuniger- und Speicherringe
Vakuum-Technik, 30, 1981, 41-44

W. Engelhardt et al.
Lecksuchanlagen in der Industrie
Vakuum-Technik, 33, 1984, 238-241

G. Sänger et al.
Über die Lecksuche bei Raumfahrzeugen
Vakuum-Technik, 33, 1984, 42-47

W. Jitschin et al.
He-Diffusionslecks als sekundäre Normale für den Gasdurchfluß
Vakuum-Technik, 36, 1987, 230-233

W. Große Bley
Moderne He-Leckdetektoren unterschiedlicher Prinzipien im praktischen Einsatz
Vakuum in der Praxis, 1, 1989, 201-205

H. D. Bürger
Lecksucher (mit Literaturangaben)
Vakuum in der Praxis, 2, 1990, 56-58

W. Fuhrmann
Einführung in die industrielle Dichtheitsprüftechnik
Vakuum in der Praxis, 3, 1991, 188-195

W. Fuhrmann
Industrielle Dichtheitsprüfung – ohne Testgas nach dem Massenspektrometrieverfahren
Vakuum in Forschung und Praxis, 7, 1995, 179 -182

P. O. Moore
Nondestructive Testing Handbook
3. Edition, Volume 1: Leak Testing
637 Seiten, 1998, Amercan Society for Nondestructive Testing
ISBN 1-57117-071-5

J. Higson, C. Vallepin, H. Kowalewsky
"A Review of Information on Flow Equations for the Assessment of Leaks in Radioactive Transport Containers" in PATAM '89, Proceedings of
The 9th International Symposium on the Packaging and Trasportation of Radioactive Materials, June 11-16, 1989, Washington, Volume 1

16.8.2 Lecksuche mit Halogenleckdetektoren

H. Moesta und P. Schuff
Über den thermionischen Halogendetektor
Berichte der Bunsengesellschaft für physikaische Chemie, Bd. 69, 895-900, 1965, Verlag Chemie, GmbH, Weinheim, Bergstraße

J. C. Leh and Chih-shun Lu
US Patent Nr. 3,751,968
Solid State Sensor

16.9 Beschichtungsmeß- und Regelgeräte

G. Z. Sauerbrey
Phys. Verhandl. 8, 113, 1957

G. Z. Sauerbrey
Verwendung von Schwingquarzen zur Wägung dünner Schichten und zur Mikrowägung
Zeitschrift für Physik 155, 206-222, 1959

L. Holland, L. Laurenson and J. P. Deville
Use of a Quartz Crystal Vibrator in Vacuum Destillation Investigations
Nature, 206 (4987), 883-885, 1965

R. Bechmann
Über die Temperaturabhängigkeit der Frequenz von AT- und BT-Quarzresonatoren
Archiv für Elektronik und Übertragungstechnik, Bd. 9, 513-518, 1955

K. H. Behrndt and R. W. Love
Automatic control of Film Deposition Rate with the crystal oscillator for preparation of alloy films
Vacuum 12 ,1-9, 1962

P. Lostis
Rev. Opt. 38, 1 (1959)

K. H. Behrndt
Longterm operation of crystal oscillators in thin film deposition
J. Vac. Sci. Technol. 8, 622 (1971)

L. Wimmer, S. Hertl, J. Hemetsberger and E. Benes
New method of measuring vibration amplitudes of quartz crystals
Rev. Sci. Instruments 55 (4) , 608, 1984

P. J. Cumpson and M. P. Seah
Meas. Sci. Technol., 1, 548, 1990

J. G. Miller and D. I. Bolef
Sensitivity Enhancement by the use of Acoustic Resonators in cw Ultrasonic Spectroscopy
J. Appl. Phys. 39, 4589, (1968)

Literaturverzeichnis

J. G. Miller and D. I. Bolef
Acoustic Wave Analysis of the Operation of Quartz Crystal Film Thickness Monitors
J. Appl. Phys. 39, 5815, (1968)

C. Lu and O. Lewis
Investigation of Film thickness determination by oscillating quartz resonators with large mass load
J. Appl. Phys. 43, 4385 (1972)

C. Lu
Mass determination with piezoelectric quartz crystal resonators
J. Vac. Sci. Technol. Vol. 12 (1), 581-582, 1975

A. Wajid
U.S. Patent Application No. 505,668 (March 30, 1990)

C. Hurd
U.S. Patent Application No. 443.387 (May 26, 1992)

E. Benes
Improved Qartz Crystal Microbalance Technique
J. Appl. Phys. 56, (3), 608-626 (1984)

C. J. Wilson
Vibration modes of AT-cut convex quartz resonators.
J. Phys. d 7, 2449, (1974)

H. F. Tiersten and R. C. Smythe
An analysis of contowced crystal resonators operating in overtones of coupled thickness shear and thickness twist
J. Acoustic Soc. Am. 65, (6) 1455, 1979

R. E. Bennett, C. Rutkoeski and L. A. Taylor
Proceedings of the Thirteenth Annual Symposium on Frequency Controll, 479, 1959

Chih-shun Lu
Improving the accuracy of Quartz csystal monitors
Research / Development, Vol. 25, 45-50, 1974, Technical Publishing Company

A. Wajid
Improving the accuracy of a quartz crystal microbalance with automatic determination of acoustic impedance ratio
Rev. Sci. Instruments, Vol. 62 (8), 2026-2033, 1991

D. Graham and R. C. Lanthrop
The Synthesis fo Optimum Transient Response: Criteria and Standard Forms
Transactions IEEE, Vol. 72 pt. II, Nov. 1953

A. M. Lopez, J. A. Miller, C. L. Smith and P. W. Murrill
Tuning Controllers with Error-Integral Criteria
Instrumentation Technology, Nov. 1969

C. L. Smith and P. W. Murril
A More Precise Method for Tuning Controllers
ISA Journal, May 1966

G. H. Cohen and G. A. Coon
Theoretical considerations of Retarded Control
Taylor Technical Data Sheet Taylor Instrument Companies, Rochester, New York

J. G. Ziegler and N. B. Nichols
Optimum Settings for Automatic Controllers
Taylor Technical Data Sheet No. TDS 10A100, Taylor Instrument Companies, Rochester, New York

C. Lu and A. W. Czanderna
Application of Piezoelectric Quarz Crystal Microbalances (Vol. 7 of: Methodes and Phenomena, Their Applications in Sience and Technology)
Elesvier, Amsterdam, Oxford, New York, Tokio, 1984

G. Simmons and H. Wang
Single Crystal Elastic Constants and Calculated Aggregate Properties – A Handbook
The MIT Press, Cambridge, Massachusetts, 1971

C. D. Stockbridge
in Vol. 5 „Vacuum Microbalance Techniques“ K. Behrndt, editor
Plenum Press Inc., New York, 1966

16.10 Werkstoffe und Werkstoff bearbeitungen

W. Espe
Werkstoffkunde der Hochvakuumtechnik
Bd. 1 1959, Bd. 2 1960, Bd. 3 1961,
VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften, Berlin

W. Espe
Werkstoffe für trennbare metallische Verbindungen der Ultrahochvakuumtechnik
Feinwerktechnik, 68, 1964, 131-140

W. Espe
Synthetische Zeolithe und ihre Verwendung in der Hochvakuumtechnik
Experimentelle Technik der Physik, XII, 1964, 293-308

H. Adam
Allgemeiner Überblick über die Werkstoffe der Vakuumtechnik und deren Auswahl
Haus der Technik Vortragsveröffentlichungen „Werkstoffe und Werkstoffverbindungen in der Vakuumtechnik“, H. 172
Vulkan-Verlag, Dr. W. Classen, Essen, 1968, 4-13

K. Verfuß
Bessere Oberflächenvergütung durch Elektropolieren – am Beispiel der Vakuum-Technik
VDI-Berichte, 183, 1972, 29-34

K. Verfuß
Schweißen und Hartlöten
Haus der Technik, Vortragsveröffentlichungen „Werkstoffe und Werkstoffverbindungen in der Vakuumtechnik, H. 172
Vulkan-Verlag Dr. W. Classen, Essen, 1968, Seiten 39-49

Chr. Edelmann
Gasabgabe von Festkörpern im Vakuum
Vakuum-Technik, 38, 1989, 223-243

R. Fritsch
Besonderheiten vakuumdichter Schweißverbindungen
Vakuum-Technik, 38, 1989, 94-102

H. Henning
Vakuumgerechte Werkstoffe und Verbindungstechnik, Teil 1
Vakuum in der Praxis, 2, 1990, 30-34

R. Fritsch
Vakuumgerechte Werkstoffe und Verbindungstechnik, Teil 2
Vakuum in der Praxis, 2, 1990, 104-112

M. Mühlloff
Vakuumgerechte Werkstoffe und Verbindungstechnik, Teil 3
Vakuum in der Praxis, 2, 1990, 179-184

Literaturverzeichnis

16.11 Wörterbücher

F. Weber
Elsevier's Dictionary of High Vacuum Science and Technology (Deutsch, Englisch, Französisch, Spanisch, Italienisch, Russisch)
Elsevier Verlag 1968

Hurrle / Jablonski / Roth
Technical Dictionary of Vacuum Physics and Vacuum Technology (Deutsch, Englisch, Französisch, Russisch)
Pergamon Press Verlag, Oxford, 1972

Stichwortverzeichnis

17 Stichwortverzeichnis

A

Abgeleitete kohärente und nicht kohärente SI-Einheiten 214
Abpumpen von chemischen Substanzen 178
Abpumpen von Gasen (trockene Prozesse) 87
Abpumpen von Gasen und Dämpfen 28, 88-91, 177-178
Abscheider 32
Absoluter Druck 11
Abstufung 49, 179
Adsorptionsfallen 32
Adsorptionsisothermen 75
Adsorptionspumpen 75, 181
Aggressive Dämpfe 177
AGM (aggresiv gas monitor) 134
Aktiver Oszillator 164
ALL·ex-Pumpen 35, 38
Allgemeine Gasgleichung (Ideales Gasgesetz) 12, 15
Allgemeine Gaskonstante 12, 15, 16, 185
Amonton, Gesetz von 15
Analoge Übertragung 120
Ankeranlage 24
Anschluß des Leckdetektors an Anlagen 157
Ansprechverhalten des Leckdetektors 158
APIEZON AP 201 205
Arbeitsbereiche von Vakuummetern 207
Arbeitsbereiche von Vakuumpumpen 206
Arbeitsdruck 12
Astrotorus-Dampfsperre 64
Atmosphäre 10
Atmosphärendruck 12
Atmosphärische Luft, Zusammensetzung 186
Atomphysikalische Einheiten 214
Ausheizen 92, 102, 182
Auslesegeräte für Transmitter 120
Auspuffilter 32
Auspumpzeiten 70-71, 93-101
Auspumpzeiten, Ermittlung aus Nomogrammen 100, 201, 204
Auswechseln des Molekularsiebes 181
Auswertung von Spektren 137
Auto Control Tune 168
Auto-Z Match Technik 165
Avogadro, Gesetz von 15
Avogadro-Konstante (Loschmidtsche Zahl) 16, 185

B

Bad-Kryopumpen 79
Baffle 60, 64
Bandbeschichtung 171
Bayard-Alpert Meßsystem 119
Bedeckungszeit 14, 16, 92
Beginn der Vakuumtechnik 9
Begriffe/Definitionen (Lecksuche) 146
Beschichtungsmeßgeräte 161, 168
Beschichtungsquellen 169
Beschichtungsregelgeräte 161, 168
Betriebshinweise für Adsorptionspumpen 181
Betriebshinweise für Diffusions- / Dampfstrahlpumpen 181
Betriebshinweise für Dreh- und Sperrschieberpumpen 176
Betriebshinweise für Ionen-zerstäuberpumpen 182
Betriebshinweise für Titan-Verdampferpumpen 182
Betriebshinweise für Turbo-Molekularpumpen 180
Betriebshinweise für Vakuumapparaturen 176
Betriebshinweise für Vakuummeter, Einbau, Verschmutzung 182
Betriebshinweise für Wälzkolben-(Roots-) Pumpen 179
Bevorzugter Einsatzbereich von Vakuummetern 108
Bildzeichen (Piktogramme) der Vakuumtechnik 197-198
Bindung von Gasen an Kaltflächen 81
Blasen Sprüh-, Tauch-, Vakuumprüfung (Lecksuche) 149
Boltzmann Konstante 12, 15, 185
Bombing-Test (Drucklagerung) 160
Booster-Pumpe 62, 63
Boyle-Mariotte, Gesetz von 15
Bruchstückverteilung 138
Bubble Test 149

C

CDG (Capacitance Diaphragm Gauge) 111
CF-Flansch (Conflat-Flansch) 102
Charles, Gesetz von 15
Chemische Beständigkeit von Dichtungswerkstoffen 105, 189
Chemische Dampfabscheidung (CVD) 171
CIS (closed ion source = geschlossene Ionenquelle) 134
Clausius-Clapeyron'sche Gleichung 15
Compound-Turbo-Molekularpumpen 67
Conflat Flansch (CF-Flansch) 102
Cracking pattern 138
Crossover-Wert 83
Crystal Six 161
CVD (chemical vapor deposition) 171

D

Dalton, Gesetz von 15
Dampfdruck 12, 28, 60, 187, 205, 206, 209
Dampfsperren 60, 64
Dampfstrahlpumpen 62
Das Torr und Umrechnung 10, 184
Datenspeicherbeschichtung 174
DC 704, DC 705 (Silikonöle) 63, 196
DIAVAC-Membranvakuummeter 110
Dichtheitsprüfung 144 ff
Dichtheitsprüfung (Farbeindring-prüfung, chemische Reaktionen) 150
Dichtheitsprüfung mit gasart-abhängigen Vakuummetern 149
Dichtungen 105, 189
DIFFELEN, leicht, normal, ultra 63, 196
Differenzdruckschmierung 23, 25
Diffusionspumpen 60 ff
Digitale Übertragung 120
Dimensionierung von Anlagen 92 ff
Diodenpumpen 77
DIP-Pumpen (Diffusionspumpen) 62
DIVAC Pumpen 53
DKD (Deutscher Kalibrierdienst) 121
Drehschieberpumpen 23
Drosselung des Saugvermögens bei Einsatz von Kondensatoren 31-32
Druck 11
Druck-Steuerung, -Regelung, -Überwachung 124
Druckabhängigkeit der mittleren freien Weglänge λ 184, 199
Druckänderungsprüfung (Druckabfall, Druckanstieg) 148
Druckbereiche der Vakuumtechnik 16, 86, 87, 169, 186, 206, 207
Druckeinheiten 10, 11, 184
Drucklagerung (Bombing-Test) 160
Druckmessung, direkte / indirekte 108
Druckmessung, gasartabhängige 113
Druckmessung, gasartunabhängige 109
Druck -Messung, -Überwachung, -Steuerung, - Regelung 108, 124
Druckregelung in Grob- und Feinvakuumanlagen 125
Druckregelung in Hoch- und Ultrahochvakuumanlagen 127
Druckregelung stetige / unstetige 125, 126
Druckschalter 110

Stichwortverzeichnis

Druckumlaufschmierung 23
Druckwandler 133
DRYVAC-Pumpen 35 ff
D-Tek 151
DURADRY 44 ff
Durchbruchspannung
(Paschen-Kurve für Luft) 208
Düsenhut-Dampfsperre 64
Dynamische (kontinuierliche)
Expansionsmethode 121, 122

E
EcoDry L, M 55 ff
Ecotec II 154
Edelgasstabilität von IZ-Pumpen 77, 78
Effektives Saugvermögen 33, 151
Eichen 121
Einbaumeßsystem 109, 182
Einfluß von elektrischen /
magnetischen Feldern 72, 183
Einheiten, Formelzeichen
11, 184-185, 210-214
Elastomerdichtungen 105, 189
Elektrische Durchbruchspannung
(Paschenkurve) 208
Elektronenstoßverdampfer
(Elektronenkanonen) 170
Empfindlichkeit von Quadrupol-Sensoren
135
Empfindlichkeit von Vakuummetern 117
Enddruck 12
Entgasung des Treibmittels 61
Entmischung 20
EPDM- Dichtungen 105, 189
Evakuieren im Grob-, Fein-,
Hochvakuumbereich 92 ff
Evakuieren von Gasen und Dämpfen 95
Expansion, statische,
dynamische (kontinuierliche) 122
Explosionsklassen von Fluiden 188
Extraktor-Ionisations-Vakuummeter 119

F
Fast Regeneration (partielles
Regenerieren) 84
Fehlerursachen bei Nichterreichen
des Enddruckes 176
Feinvakuumadsorptionsfallen 33
Festflansche 102
Federvakuummeter 109
Finger print 138
Flächenstoßrate 14
Flansche und ihre Abdichtung 102 ff
Flüssigkeitsgedichtete Rotations-
verdrängerpumpen 23
Flüssigkeitsringvakuumpumpen 23
Flüssigkeitsvakuummeter 112
Formelzeichen und Einheiten,
alphabetische Liste 210-212
Frequenzwandler für
Rootspumpen 52
Turbo-Molekularpumpen 69
Weltmotor 58
Fundamentale Druckmeßmethoden 122

G
Gaede, Wolfgang 11, 27, 60, 66
Größen, Formeln, Einheiten
und Definitionen 11-16
Gasabgabe von Werkstoffen 186
Gasabgabe, Gasabgaberate,
(flächenbezogene) 14, 92
Gasanalyse 130, 140, 141
Gasartabhängige Anzeige,
Vakuummeter mit 113
Gasartunabhängige Anzeige,
Vakuummeter mit 109
Gasaufzehrung von
Vakuummeterröhren 109, 117
Gasballast 27, 152
Gasbindende Vakuumpumpen 75 ff
Gasdichte 12
Gasentladung 76, 116
Gasgesetze 15
Gaskinetische Formeln 184
Gaskinetisches Diagramm 199
Gaskonstante, allgemeine
12, 15, 16, 185
Gasmenge (pV-Wert) 13
Gasschleusen 107
Gasspeicherung im Drehschieber-
pumpenöl 152
Gaszusammensetzung bei
Entfernung von der Erde 200
Gay-Lussac, Gesetz von 15
Gebräuchliche Lösungsmittel 186
Gegenstromleckdetektor 156
Geschlossene Ionenquelle
(CIS = closed ion source) 134
Gesetzliche Druckeinheiten 11, 184
Getterpumpen 75
Glasbeschichten 173
Gleitende Nullpunktunterdrückung 152
Glühkathoden-Ionisations-
Vakuummeter 117
Guericke, Otto von 9

H
Halogen Leckdetektoren 151
Halogen-Dioden Prinzip
(Halogen Leckdetektoren) 151
Hauptstrom-Leckdetektor 156
Helium Standard-Leckrate 146
Helium-Leckdetektoren
(180° Sektorfeldspektrometer) 155
Heliumsprüheinrichtung 159
Herstellerspezifikationen
(Vakuummeter) 123
Hochdruck-Ionisationsvakuummeter
bis 1 mbar 118
Hochfrequenzvakuumprüfer 149
HO-Faktor (Diffusionspumpen) 61
Horror Vacii 9
Hubkolbenpumpen 54 ff
Hüllentest 159
Hüllentest (Konzentrationsmessung) 160
Hybridlager (Keramiklager) 66
Hybrid-Turbo-Molekularpumpen 67

I
IC 5 168
Ideales Gasgesetz 12, 15
Industrielle Dichtheitsprüfung 160
INFICON Schwingquarzgeräte 168
Infrarot Prinzip
(Halogen Leckdetektoren) 151
Innere Rückströmung (Rootspumpen) 48
Innere Verdichtung bei Klauenpumpen 35
Innere Verdichtung bei
Schraubenvakuumpumpen 41
Integrale Leckrate 147, 159
Ionendesorptionseffekt 118
Ionenquelle (Quadrupol MS)
offene 131
geschlossene (CIS) 134
Ionenquelle Heliumleckdetektoren 155
Ionenzerstäuberpumpen (IZ-Pumpen)
76, 182
Ionisationsvakuummeter 116
Ionisierung, spezifische (Gasanalyse) 137
Isotope 137
IZ-Pumpen (Ionenzerstäuberpumpen)
76, 182

J
Justieren von Leckdetektoren 153
Justieren und Kalibrieren von
Vakuummetern 121

K
Kalibrieren
von Leckdetektoren 153
von Vakuummetern 121, 123
Kaltflächen, Bindung an 81
Kaltkathoden-Ionisations-Vakuummeter
116
Kaltkopf 79

Stichwortverzeichnis

Kammerer-Kompessions-Vakuummeter 113
Kapazitive Vakuummeter 111
Kapselfedervakuummeter 109, 110
Kathodenzerstäubung (Sputtern) 170
Keramiklager (Hybridlager) 66
Kinetische Gastheorie 15
Kinetische Vakuumpumpen 60 ff
Klammerflansch 102
Klauenpumpen 34 ff
Kleinflansch (KF) 102
Kleinste nachweisbare Konzentration 136
Kleinster nachweisbarer Partialdruck 136
Kleinstes nachweisbares Partialdruckverhältnis 136
Knudsenströmung 17
Kohlenwasserstofffreies Vakuum 20, 34-59, 64, 65 ff
Kombinationstransmitter 120
Kompression 68
Kompressionsvakuummeter 112
Kondensatoren 30, 88 ff
Kontinuierliche Expansion (früher: Dynamische Expansion) 122
Kontinuumsströmung 16
Kontinuumstheorie 15
Korrekturkurven für THERMOVAC Geräte 115
Korrosionschutz 178
Kriechbarriere 65
Kritische Druckdifferenz (Verblockung) 17
Kryokondensation 81
Kryopumpen 78 ff
Kryosorption 81
Kryotrapping 82
Krypton 85 Prüfung 149
Kugeltiefkühlfallen 64
Kühlfallen 64

L

Laminare Strömung 16, 20
Lavaldüse 62
Leckarten 144
Leckdetektoren mit 180°-Sektorfeld-MS 155
Leckdetektoren mit Massenspektrometern 151
Leckdetektoren mit Quadrupol-MS 154
Leckdetektoren, Arbeitsweise von 150
Leckrate, Leckgröße, Umrechnung 14, 144, 146
Lecksuche 144
Lecksuche ohne Lecksuchgerät 147
Lecksuchtechniken mit Helium-Leckdetektoren 159
Leitwert von Öffnungen 18
Leitwert von Rohrleitungen 18, 200, 202, 203
Leitwert, nomographische Bestimmung 19
Linearitätsbereich von Quadrupol-Sensoren 136
Linienbreite 134
Literaturverzeichnis 220-229
Lokale Leckrate, Lokale Lecksuche 147, 159
Loschmidtsche Zahl (Avogadrokonstante) 16, 185
Lösungsmittel 179, 186
Luft, atmosphärische 10, 186
Luftdruck und Temperatur bei Entfernung von der Erde 200

M

Magdeburger Halbkugeln 9
Magnetisches Streufeld 78
Magnetlager 66
Massenbereich 135
Massendurchfluß (Massenstrom) 13, 144
Massenspektrometer, allgemein, geschichtlich 130
Massenstrom (Lecksuche) 144
Massive Hülle 160
Massivgetterpumpen (NEG-Pumpen) 75, 78
Maßsysteme 10-11
McLeod-Vakuummeter 112
Mechanische Vakuumpumpen 23 ff
MEMBRANOVAC 111
Membranpumpen 53
Membranregler, Anwendungsbeispiele mit 128
Membranvakuummeter 109, 110
Meßbereich, bevorzugter 108
Meßbereiche von Vakuummetern 207
Meßunsicherheit 123
Metallische Dichtungen 105
Mittlere freie Weglänge 14, 20, 184, 199
Mode-Lock Oszillator 165
Modulator (Bayard-Alpert-Vakuummeter) 119
Molare Masse (Molekulargewicht) 12, 13, 15
Molekularsieb 75, 181
Molekularströmung 17
Monomolekulare Schicht 14

N

Nachweisgrenze von Leckdetektoren 152
Nasse Prozesse 88
Nationale Standards, Rückführung auf 121
NEG-Pumpen (Massiv-Getterpumpen) 75, 78
Nennweite und Innendurchmesser von Rohren 186
Neopren Dichtungen 105, 189
Nomogramm: Auspumpzeit im Feinvakuum (Berücksichtigung der Gasabgabe) 204
Nomogramm: Auspumpzeit im Grobvakuum 201
Nomogramm: Leitwert / gesamtes Druckgebiet 203
Nomogramm: Leitwert / Molekularströmung 200, 202
Nomogramm: Rohrleitwerte bei Laminarströmung 200
Nomogramme 100
Nomographische Bestimmung von Leitwerten 19
Normalbedingungen 10
Normdruck 12
Normen in der Vakuumtechnik 215-219
Nullpunktunterdrückung (gleitende) 152

O

Offene Ionenquelle 131
Öl-Dampstrahlpumpen 62
Öl-Diffusionspumpen 60
Öle für Vorvakuumpumpen 33, 190-195
Öle (Treibmittel) 63, 196
Ölfreies (kohlenwasserstoffreies) Vakuum 20, 34-59, 64, 66 ff
Ölgedichtete Rotationsverdrängerpumpen 23
Ölrückströmung, Ölrückdiffusion 20, 21, 64
Ölverbrauch 176, 177
Ölverschmutzung 176
Ölwechsel 177
Operationsdiagramme 74, 98
Optische Schichten 173
Oszillationsverdrängerpumpen 53
Oszillator, (aktiv, mode-lock) 164, 165
Oxydkathoden 117, 131, 155

P

Papiertrocknen 95
Partialdruck 11
Partialdruckmessung 139
Partialdruckregelung 142
Partial-Enddruck 113
Pascal, Blaise 9
Paschenkurve 208
Penning-Vakuummeter 116
Perbunan 105, 189, 206

Stichwortverzeichnis

Pèrier 9
Periodenmessung 163
Permanentgase 113
Phasendiagramm von Wasser 209
Photonen 118
PIEZOVAC 111
Pirani-Vakuummeter 114
Plastikzelt 160
Platten-Dampfsperre 64
PNEUROP 215, 219
PNEUROP-Flansche 102
Poiseuille'sche Strömung 16
Poisson, Gesetz von 15
Präzisions-Membranvakuummeter 110
Prüflecks (Testlecks) 153
PTB (Physikalisch Technische Bundesanstalt) 121
Puffervolumen 97
Pumpen von Vakuummeterröhren 109, 117
Pumpendimensionierung bei Trocknungsprozessen 95
Pumpengröße, Bestimmung von 92 ff
Pumpenöl, Wahl bei aggressiven Dämpfen 177, 190-195
Pumpenstammbaum 22
Pumpverfahren, Auswahl von 86
PVD (physical vapor deposition) 169
pV-Durchfluß (pV-Strom) 13
pV-Wert (Gasmenge) 13

Q

Quadrupol, Druckanpassung / Gaseinlaß 133
Quadrupol, Nachweissystem (Detektor) 133
Quadrupol, Sensoraufbau 131
Quadrupol, Spezifikation 134
Quadrupol, Trennsystem 132
Quadrupolmassenspektrometer 130
Qualitative Gasanalyse 140
Quantitative Gasanalyse 141
Quecksilber (Treibmittel) 60, 64
Quecksilbersäule 9, 10, 11
Quecksilbervakuummeter 112

R

Rate Watcher 161
Refrigerator-Kryopumpe 79
Regenerierzeit 84
Reibungs-Vakuummeter 114
Relative Ionisierungswahrscheinlichkeit RIW 116, 138
Restgas- Zusammensetzung, -Spektrum 21, 72
Reynoldszahl 16
Röntgeneffekt 118
Rootspumpen 47
Rotationsverdrängerpumpen 23
Rückweisleckrate 147
RUVAC Pumpen 47

S

Salztrocknen 95
Sättigungsdampfdruck 11, 28
Sättigungsdampfdruck und Dampfdichte von Wasser 187, 209
Sättigungsdampfdrücke (Kryotechnik) 206
Sättigungsdampfdrücke (Lösungsmittel) 205
Sättigungsdampfdrücke (Metalle) 205
Sättigungsdampfdrücke (nichtmetallische Dichtungen) 206
Sättigungsdampfdrücke (Treibmittel) 190-196, 205
Saugleistung 13
Saugstutzenventil 23
Saugvermögen 13
Saugvermögenseinheiten und ihre Umrechnung 185
Schalen-Dampfsperre 64
Schichtdickenmessung 161
Schichtdickenregelung 166
Schiffchen (thermische Verdampfer) 169
Schnüffelprüfleck (Leckdetektoren) 154
Schnüffeltechnik 159
Schöpfraum 22
Schraubenvakuumpumpen 40
Schwingkolbenpumpe (Linearantrieb) 58
Schwingquarzkristalle, Form der 162
Schwingquarz-Schichtdickenmessung 161
ScrewLine Schraubenvakuumpumpe 42
Scrollpumpe 47
SI-Basiseinheiten 11, 214
Sicherung, Überwachung und Steuerung von Anlagen 124
Silikonkautschuk Dichtungen 105, 189
Silikonöle, DC 704, DC 705 63, 196
Software für Quadrupol-Massenspektrometer 142
SOGEVAC-Pumpen 23, 25
Sorptionspumpen 75, 181
Spaltgedichtete Pumpen 20
Sperrgasbetrieb 70
Sperrschieberpumpen 25
Spezifikation (Leckdetektoren) 158
Spezifikationsbereich von Vakuummetern 108, 123
Spezifischer Rauminhalt von Wasserdampf 187, 208
Spinning Rotor Gauge 114
Sprühtechnik 159
Spülgas 37
Sputtern (Kathodenzerstäubung) 170
SRG (spinning rotor gauge), VISCOVAC 114
Startdruck 69, 85
Statische Expansionsmethode 122
Staubabscheider (Staubfilter) 32
Streufeld von IZ-Pumpen 78
Stickstoffäquivalent 108, 116
Stoßrate 14
Strömungsarten 20
Strömungsleitwert 13, 17
Strömungsleitwerte, Berechnung von 17

T

Teilchenanzahldichte 12
Teilebeschichtung 171
Teilstrombetrieb 157
Teilstromverhältnis 157
Temperartur in der Atmosphäre 200
Temperaturvergleichs- / Umrechnungstabelle 199
Testgasanreicherung 160
Testlecks (Prüflecks) 153
Thermische Verdampfer (Schiffchen) 169
Thermocouple-Vakuummeter 114
THERMOVAC 115
Titanverdampferpumpen 76, 182
Torricelli, Evangelista 9
Totaldruck 11
Transferstandard 114, 121
Transmitter 119
TRANSPECTOR 2 130
TranspectorWare 142
Treibmittel 63, 190-196
Treibmittelpumpen 60
Treibmittelrückströmung 20, 64
Treibmittelwechsel / Reinigung von Diffusionspumpen 181
Trennsystem, von Quadrupol-Massenspektrometern 132
Triggerpunkte (Intervall-, Level-) 126
Triodenpumpen 77
TRIVAC-Pumpen 23
Trochoidenpumpen 26
Trockene Prozesse 87
Trockenverdichtende Rotationsverdrängerpumpen (spaltgedichtete Rotationsverdrängerpumpen, Trockenläufer) 20, 22, 34
Trocknungsprozesse 90
Trocknungsprozesse, Pumpendimensionierung bei 95
Turbo-Molekularpumpen 66 ff

Stichwortverzeichnis

Turbo-Molekularpumpen, Messungen 72
TURBOVAC-Pumpen 66 ff
Turbulente Strömung 16

U

Überdruck 12
Überdruckmethode 147, 159
UL 200 (dry), UL 500 (dry) 153, 155
L 200 155
Ultrahochvakuum 16, 17, 91
ULTRALEN 64, 205
Umgebungsdruck 12
Umrechnungsformeln (Lecksuche) 146
Umrechnung von Druckeinheiten 184
Umrechnung von Leckrateneinheiten 185
(pV-Durchflußeinheiten) 185
Umrechnung von Saugvermögenseinheiten 185
Umwegleitung (Wälzkolbenpumpen) 51
Undichtheit 144
U-Rohr-Vakuummeter 112

V

Vakuumbereiche (Druckbereiche) 16, 86, 87, 169, 186, 206, 207
Vakuumbeschichtungstechnik 169
Vakuumbeschichtungsverfahren 171
Vakuummessung, Vakuummeter 108 ff
Vakuummeterkonstante 117
Vakuummeter mit gasartabhängiger Anzeige 113
gasartunabhängiger Anzeige 109
Vakuumtechnik, Beginn der 9
Vakuumpumpen, Übersicht 22
Vakuumregelung 125
Vakuumsteuerung 124
Vakuumtechnik bei LEYBOLD 11
Vakuumtechnische Zeitkonstante 93, 158
Van der Waals-Gleichung 15
Ventile 106
Venturidüse 63
Verblockung (Kritische Druckdifferenz) 17
Verdampfer-Kryopumpen 79
Verdampferpumpen 75, 76
Verdrängerpumpen 22
Verringerung der Adsorptionskapazität 33, 76, 181
Verschlußventile 107
Verschmutzung von Vakuumbehältern 176
Verschmutzung von Vakuummeter-Meßsystemen 182
VISCOVAC-Vakuummeter 114
Viskose Strömung 16
Vitilan, Viton 105, 189
Volumen 13
Volumendurchfluß (Volumenstrom) 13
Volumenstoßrate 15
Volumetrischer Wirkungsgrad (Rootspumpen) 49
Voreinlaßkühlung bei Rootspumpen 51
Vorpumpe, Wahl der 96 ff
Vorvakuumbeständigkeit 61

W

Wälzkolbenpumpen 47
Wärmeleitungsvakuummeter, geregelt / ungeregelt 114, 115
Wasserdampfkapazität 29
Wasserdampfstrahlpumpen 65
Wasserdampfverträglichkeit 29
Wasserringpumpen 23
Wasserstrahlpumpen 60
Weglänge, mittlere freie 14, 20, 184, 199
Weltmotor für alle 1 Phasen-Netze 58
Werkstoffe 104, 105
Wiederbedeckungszeit, Bedeckungszeit 14, 92

X

XTC, XTM 168

Z

Zahlenwerte physikalischer Konstanten 185
Zeitkonstante, vakuumtechnische 93, 158
Zeolith 33, 75
Zerstäuberpumpen 75
Z-Match Technik 163
Zubehör zu Rotations-verdrängerpumpen 32
Zusammensetzung der Atmosphäre 186
Zustandsgleichung (Allgemeine Gasgleichung) 12, 15

www.oerlikon.com

Zentrale Deutschland

Oerlikon
Leybold Vacuum GmbH
Bonner Strasse 498
D-50968 Köln

T +49 (0) 221-347-0
F +49 (0) 221-347-1250
sales.vacuum@oerlikon.com